

EXHIBIT 85

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

CONFIDENTIEL

SAMPLE N° 825426

REANALYSIS

LIST OF CONTENT

SECTION 1 : ADMINISTRATIVE PART	pages 1-4
<u>Internal chain of custody of bottles</u>	1
<u>Internal chain of custody of aliquots</u>	4
SECTION 2 : TECHNICAL PART	pages 5-88
<u>Confirmation analysis by GC/C/IRMS</u>	5-88
1- List of performed analyses	5
2- Confirmation instruction	6
3- Method and preparative form	8
4- GC/MS analysis	27
4-1 Description of GC/MS analysis	27
4-2 GC/MS analysis data	29
- Injection sequence	29
- Positive references	30
- Negative aliquot and Sample A 825426 for each fraction	34
4-3 Data on instrument performances	46
4-4 Result form	49
5- Isotopic ratio analysis	52
5-1 Description of GC/C/IRMS analysis	52
5-2 Isotopic ratio analysis data	55
- Injection sequence	55
- Negative aliquot and Sample A 825426 for each fraction	57
5-3 Data on instrument performances	69
5-4 Result form	87
SECTION 3 : Certificate of analysis n°30209	page 89

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007 1/2
		FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE

Date de l'analyse de contrôle : 17/04/07

Demande

Demande faite par : USA DA

N° d'échantillon concerné : A 825 426

Nature du milieu biologique : urine

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Identification des personnes présentes pour l'analyse de contrôle

Laboratoire			Témoin indépendant	Expert	Autres
Nom : de Ceunin	Couine Buisson	FRECH Olivier			USA DA Autres
Signature					

Chaîne de détention interne

Lieu de déstockage : Chambre froide ☒ Congélateur ☐ n°..CHF..1..

Conditions de stockage : -80°C ☐ -20°C ☐ +4°C ☒

Destockage des flacons : A ☒ B ☐

Date : 17/04/07.. Heure : 11h..25.. Opérateur : 01

Vérification de l'identification

Système : Versapak ☐ Berlinger ☒ Autre ☐ N° : A 825 426

Conformité par rapport au procès verbal de contrôle antidopage : Oui ☒ Non ☐

Intégrité des scellés : Oui ☒ Non ☐

Validation de la conformité de l'échantillon (Signatures) :

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autres
			USA DA Autres

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007
		2/2
FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE		

Ouverture du scellé :

Date : 17./04/07. Heure : 11 h 45 Opérateur : 26

Localisation : salle n° 004

N° du flacon : A 825426

Volume : 35 mL

(si le milieu est congelé attendre sa décongélation pour mesurer le volume)

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Validation de l'ouverture du scellé (Signatures) :

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre
<i>[Signature]</i>	<i>[Signature]</i>	<i>[Signature]</i>	<i>[Signature]</i>

Remise sous scellé :

Oui ☒

Non ☐

Date :/...../..... Heure : h..... Opérateur :

Système : Versapak ☐ Berlinger ☐ Autre ☐

N° de flacon : N° de scellé :

Volume restant :

Lieu de stockage Chambre froide ☐ Congélateur ☐ n°

Conditions de stockage -80°C ☐ -20°C ☐ +4°C ☐
Stockage de la remise sous scellé

Date :/...../..... Heure : h..... Opérateur :

Validation de la remise sous scellé (Signatures) :

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier analytique de la contre expertise.

2

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05 A Version : C Date : 17/10/2006 1/1
		TRACABILITE DES FLACONS A ET B

N° de Série :

Réception et Stockage avant enregistrement (si nécessaire):

Réception par	Date et Heure	Stockage	Heure
		-	-

Stockage après enregistrement :

Flacons	Entreposés par	Date et Heure	Lieu

Chaîne de possession des flacons A:

Echantillon A 825426

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
16/04/2007 09h30	49/10	CH-FR.5 (-20°C)	Déstockage pour renumérotation
16/04/2007		CH-FR.1 (+4°C)	Stockage après nouvelle numérotation
17/04/2007 11h25	01	Salle 004 (ambiant)	Déstockage pour tirage au sort n°2
17/04/2007 11h45	26	Salle 004 (ambiant)	Ouverture des scellés
17/04/2007 12h00	26	Salle 004 (ambiant)	Mise en tube pour confirmation IRMS (EC31)

Chaîne de possession des flacons B:

Echantillon

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

3

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05B Version : C Date : 17/10/2006 1/1
		TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B

N° de Série :

Chaîne de possession des aliquotes A:

Echantillon A 825426

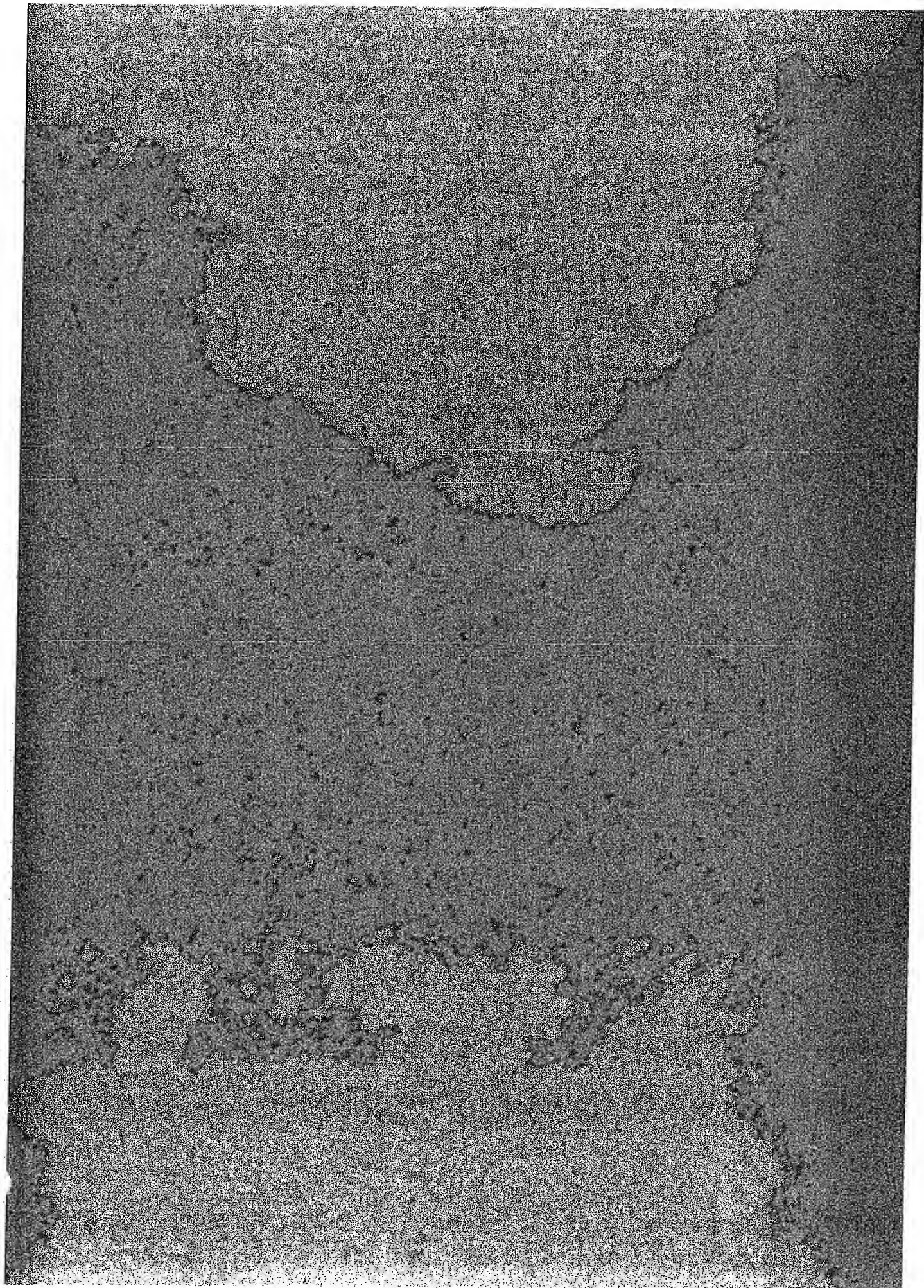
Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
17/04/2007 12h20	Aliquote EC31	26	Préparation jusqu'à acétylation	Confirmation IRMS(EC31)
18/04/2007 9h10	Aliquote EC31	26	Fin de préparation	
18/04/2007 18h28	Aliquote EC31 (3 fractions)	26	Analyse GC/MS sur MSD22	
19/04/2007 09h30	Aliquote EC31 (3 fractions)	26	Reprise pour analyses IRMS	
19/04/2007 13h17	Aliquote EC31 (3 fractions)	26	Analyse GC/C/IRMS sur ISOPRIME 2	Absence d'appauvrissement isotopique significatif

Chaîne de possession des aliquotes B:

Echantillon

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.



LNDD	ENREGISTREMENT	Code : E-RECAP-01 Version : J Date : 09/06/2006
FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES		
ECHANTILLON		
N° de laboratoire :		N° échantillon : <u>A 825428</u>
Produit(s) confirmé(s) :	<u>Analyse Zoologique repère</u>	
pH mesuré en conf :	<u>6.4</u>	Densité affichée en conf : <u>1.01</u>
		Réfractomètre n° : <u>2</u>
		* Densité corrigée : <u>1,019</u>
CONFIRMATION QUALITATIVE		
Essai n° :	<u>EC 8</u>	
Mode opératoire de préparation :	<u>M-EX- 24</u>	Version : <u>C</u>
Mode opératoire d'analyse :	<u>M-AN- 524</u>	Version : <u>A13</u>
CG/SM (SCAN) <input checked="" type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM2 <input type="checkbox"/> CG/SM3 <input type="checkbox"/>
CL/SM <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/> CL/UV <input type="checkbox"/>
IMM <input type="checkbox"/>	EPO <input type="checkbox"/>	CG/C/IRMS <input checked="" type="checkbox"/> Cytométrie <input type="checkbox"/>
CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE		
Essai n° :	<u>EC</u>	
Mode opératoire de préparation :	<u>M-EX-</u>	Version : <u></u>
Mode opératoire d'analyse :	<u>M-AN-</u>	Version : <u></u>
	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>
CL/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/> CL/UV <input type="checkbox"/>
Concentration estimée :	<u></u>	
* Concentration corrigée :	<u></u>	
CONFIRMATION QUANTITATIVE		
Essai n° :	<u></u>	
Mode opératoire de préparation :	<u></u>	Version : <u></u>
Mode opératoire d'analyse :	<u>M-AN-</u>	Version : <u></u>
CG/TSD <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/> IMM <input type="checkbox"/>
Concentration mesurée :	<u></u>	
* Seuil corrigé :	<u></u>	
DETESTAGE RAPIDE		
ES02 -BBS (CG-SM) <input type="checkbox"/>	ES08 -HES (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES06 - IMM <input type="checkbox"/>
ES02C -EPH (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES08B -PS <input type="checkbox"/>	ES07 -EPO <input type="checkbox"/>
ES03 -CD (CL/SM) <input type="checkbox"/>	ES03B -LCH (CL/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS01 - HBOCs <input type="checkbox"/>
ES04 -H (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES05 -MS2 (CG/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS02 - TS <input type="checkbox"/>
ES03C -LCH (CL/SM) <input type="checkbox"/>		
Code opérateur de l'analyste : <u>20</u>	Code opérateur du responsable : <u>10</u>	
Date et paraphe : <u>20/4/07</u>	Date et paraphe : <u>20/04/07</u>	
Hors portée d'accréditation : <input type="checkbox"/>	<u>5</u>	
Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée :		

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

* à remplir par le responsable

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-CONF-31 Version : D Date : 17/01/2006 1 / 2
CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Appareil utilisable : **ISOPRIME MICROMASS - GV INSTRUMENT**

Mode opératoire d'extraction : **M-EX-24**

APPLICABLE le

19 JAN. 2006

Mode opératoire de préparation du Mix Acétate: **M-EXMix-05**

Mode opératoire d'analyse: - GC/MS: **M-AN-52**

- GC/C/IRMS: **M-AN-41**

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

L'analyse GC/MS doit être effectuée avant l'analyse GC/C/IRMS

Mode opératoire de dépouillement : - GC/MS: **M-RDP-05**

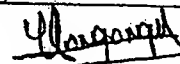

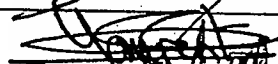

- GC/C/IRMS: **M-DP-31**

Dépouiller l'analyse GC/MS avant d'effectuer l'analyse GC/C/IRMS

Traiter simultanément :
un blanc urinaire
un aliquot échantillon

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-CONF-31 Version : D Date : 17/01/2006 2 / 2
CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	17/01/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	31/10/2002
B	Révision biennale	24/01/2005
C	Ajout d'une extraction sur Gilson	28/10/2005
D	Ajout de la préparation du mix acétate (M-EXMIX-05). Ajout de M-RDP-05.	17/01/2006

CONFIDENTIEL

7

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 1 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Documents utilisés : E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

Opérations

Matériel

Réactifs et produits

Prise d'essai selon I-VOL-01
8 ml maximum par tube

Tubes Kimble 16x100 mm
Pipette Biohit 1-5ml
Cônes Biohit

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transvaser le surnageant dans tube
préalablement identifiés
(cf I-TRAC-03C)

Tubes Kimble 16x100 mm
Pipette Pasteur

Extraire sur SPE Rapid Trace
selon I-EX-06

Cartouches Bond Elut C18 500mg
Tubes Kimbles 16x100 mm

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate
pH = 6.5

Dispensette

Agiter jusqu'à dissolution complète

Vortex

Ajouter 2 gouttes de
β-glucuronidase

Compte goutte

Boucher et agiter 1 seconde

Bouchons Zymarck
Vortex

Hydrolyser 1h00 à 55°C

Etuve

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transvaser le surnageant dans
tubes préalablement identifiés
(cf I-TRAC-03C)

Tubes Kimble 16x100 mm
Pipette Pasteur

Extraire sur SPE Rapid Trace
selon I-EX-07

Cartouches Bond Elut C18 200mg
Tubes Kimble 13x100 mm

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

APPLICABLE le
19 JAN. 2006

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

Azote

Tampon Phosphate pH = 6.5
Chambre froide à +4°C (cf M-P-05)

β-glucuronidase
Chambre froide à +4°C

CONFIDENTIEL

Azote

8

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 2 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Opérations

Matériel

Réactifs et produits

Dissoudre et réunir dans un tube les extraits du même échantillon :
Mettre de côté un tube sec
Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans les autres tubes et agiter 10s avant de les transvaser dans le tube sec.

Pipettman de 1 ml
Pipette pasteur
Vortex

Acétonitrile

Rincer les tubes transvasés avec 500µl d'acétonitrile

Pipettman de 1 ml
Pipette pasteur

Acétonitrile

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 50 µl de pyridine
Ajouter 50 µl d'anhydride acétique

Pipettman de 50 µl - Cônes Greiner
Vortex

Pyridine desséchée
Anhydride acétique > 99%

Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale
Agiter 5 secondes et boucher

Vortex

CONFIDENTIEL

Dériver le tube bien fermé 1h00 à 60°C ou laisser une nuit à température ambiante

Bain à sec à 60°C
ou
Portoir à tubes sous hotte

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 1 ml d'acétonitrile
Agiter 10 secondes
Ajouter 1 ml d'eau ultrapure
Agiter 10 secondes

Pipette Biohit 1-5 ml
Cônes Biohit

Acétonitrile
Eau ultrapure

Vortex

Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-08

Cartouches Baker C18 500 mg
Tubes kimble 13x100 mm

Evaporation à sec des fractions
F1 (environ 2h00)
F2 (environ 1h30)
F3 (environ 45min)

Bain à sec à 80°C

Azote

9

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 3 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Traitement des fractions F1, F2 et F3

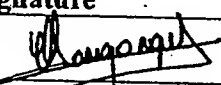
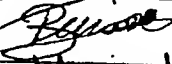
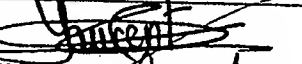
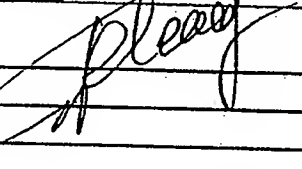
<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactifs et produits</u>
Ajouter le SI selon I-VOL-01	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 200 ng/µl
Ajouter 200 µl d'acétonitrile	Pipettman réglable de 200 µl Cônes Greiner	Acétonitrile
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale		
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C	Vials en verre avec insert 300 µl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane selon I-VOL-01	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

CONFIDENTIEL

Après analyse GC/MS :

Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01) Agiter 10 secondes	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 0.2mg/ml
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane (Cf I-VOL-01)	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 4 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	17/01/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
2	Modification des quantités de SI et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A --> Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
B	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)	16/07/2004
C	changement de cartouché pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	17/01/2006

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 1 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Application :	Irms0.spe
Durée d'extraction pour un tube:	13.30min
Tube utilisé:	Kimble 16x100mm
Type de cartouche utilisée:	Bond Elut C18 Varian 500mg/3ml

Documents utilisés: I-M-02, I-N-02

1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol
Voie 2 : Eau ultrapure
Voie 3 : Acétonitrile
Voie 4 : Rien
Voie 5 : Rien
Voie 6 : Rien
Voie 7 : Rien
Voie 8 : Rien

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

CONFIDENTIEL

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre

2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les puges eau, air et/ou solvant. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes de recueil et placer les cartouches .

L'ordre de passage est le suivant:

Blanc urinaire 1
Echantillon 1
Blanc urinaire 2
Echantillon 2
...

Pour lancer l'extraction, voir I-N-02.

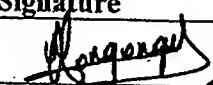

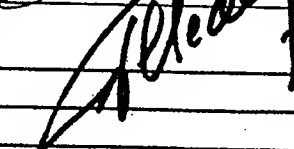
LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 2 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	3	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	3	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	8.5	4
Lavage	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Séchage	1 minute			
Elution	Méthanol	Fraction 1	6	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	2	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	2	20

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 3 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	06/02/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution homogénéisation titre , ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 1 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Application :	Irms1te.spe
Durée d'extraction par tube :	16.30 min
Tube utilisé de recueil utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Bond Elut C ₁₈ Varian – 200 mg / 3 ml

Documents utilisés : I-M-02, I-N-02

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol
 Voie 2 : Eau ultrapure
 Voie 3 : Acétonitrile
 Voie 4 : Rien
 Voie 5 : Rien
 Voie 6 : Rien
 Voie 7 : Rien
 Voie 8 : Rien

CONFIDENTIEL

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et disposer au niveau des recueils les tubes 13x100mm insérés dans les tubes 16x100mm.

L'ordre de passage est le suivant :

Blanc urinaire 1 tube 1
 Blanc urinaire 1 tube 2
 Blanc urinaire 1
 Echantillon 1 tube 1
 Echantillon 1 tube 2
 Echantillon 1
 Blanc urinaire 2 tube 1
 Blanc urinaire 2 tube 2
 Blanc urinaire 2

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 2 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Echantillon 2 tube 1

Echantillon 2 tube 2

Echantillon 2

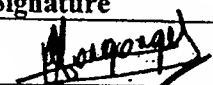

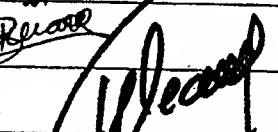
Placer les cartouches et lancer l'extraction selon I-N-02.

3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	4	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	2	4
Préparation du mélange 20%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.8 / 3.2	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 20/80	Poubelle	4	2
Préparation du mélange 30%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.6 / 1.4	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 30/70	Poubelle	2	2
Séchage	1 minute			
Elution	Acétonitrile	Fraction 1	4	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	4	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	4	20

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 3 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	06/02/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
I	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Réajustement de l'extraction	22/04/2005
D	Réajustement de l'extraction D:homogénéisation du titre, ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 1 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Application :	irms2te.spe
Durée d'extraction pour un tube :	41,3 min
Tube utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Baker C ₁₈
Volume de la cartouche :	500 mg / 3 ml

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

APPLICABLE le
08 SEP. 2005

1 - DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol
Voie 2: H₂O (ultrapure)
Voie 3: Acétonitrile
Voie 4: Rien
Voie 5: Rien
Voie 6: Rien
Voie 7: Rien
Voie 8: Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

CONFIDENTIEL

2 - LANCEMENT DE LA SEQUENCE D'ANALYSE :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire (cf I-M-02)
Lancer l'extraction selon I-N-02

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes éluats.

Utiliser le gros rack, disposer au niveau des recueils les tubes 13x100 mm insérés dans des tubes 16x100 mm et placer les échantillons dans l'ordre suivant :

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 2 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Tubes des échantillons	Tubes des recueils
Blanc urinaire 1	Blanc urinaire 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F2 (Keto)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F3 (Diol)
Echantillon 1	Echantillon 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F2 (Kéto)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F3 (Diol)
...	...

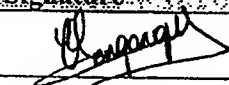
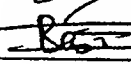
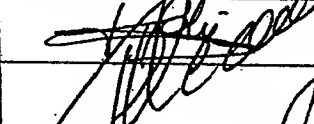
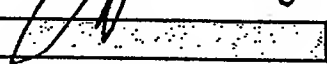
Placer les cartouches en laissant deux intervalles de libre entre chaque cartouche et cliquer ensuite sur RUN MONITOR puis sur RUN du module choisi.

CONFIDENTIEL

3 - EXTRACTION SUR CARTOUCHE :

Etape	Solvant	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	MeOH	Poubelle	5	10
Conditionnement colonne	H ₂ O	Poubelle	5	10
Chargement échantillon	Reprise CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Poubelle	2,5	4
Préparation mélange 30 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	1,8 / 4,2	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 30/70	Poubelle	6	2
Préparation mélange 40 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	2,4 / 3,6	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 40/60	Poubelle	6	2
Préparation mélange 50 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	3 / 3	30
Elution F1	CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Fraction 1	6	2
Préparation mélange 50 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	1 / 1	30
Elution F1	CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Fraction 1	2	2
Préparation mélange 75 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	4,5 / 1,5	30
Elution F2	CH ₃ CN-H ₂ O 75/25	Fraction 2	6	2
Préparation mélange 75 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	2,4 / 0,8	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 75/25	Poubelle	3,2	2
Elution F3	CH ₃ CN	Fraction 3	4	2
Rinçage canule	H ₂ O	Canule	2	30
Lavage	MeOH	Poubelle	2	30

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 3 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	08/09/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	08/09/2005	
vérifié par	Adeline MOLINA	08/09/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	08/09/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
I	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	02/10/2002
B	Révision biennale analyse d'une troisième fraction	31/08/2004
C	Elimination d'une interférence dans la fraction F1 - Changement titre pour homogénéisation	08/09/2005

CONFIDENTIEL

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 1/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Mode opératoire d'extraction:

M-EX-24

Echantillon :

A 825420

Sexe :

M

F

Mise à l'ambient de l'échantillon :

Date :

17/1/17

Heure :

14h25

Prise d'essai:

Volume:

36

mL

Heure:

14h00

Paraphe:

Ref

	Date	Appareil	Température en °C	Valeur lue	Paraphe
pH	17/1/17	pHmet n° : 1	23.0	6.42	Ref
Densité	17/1/17	Refract n° : 1		1.017	Ref

Blanc urinaire :

Pool 4

Densité :

1.023

Prise d'essai :

10 mL

Paraphe :

Ref

Préparation de l'échantillon

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Première extraction	17/1/17	12h20		Rapid Trace : RT120	Ref
	17/1/17		14h15		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	
Evaporation	17/1/17	14h15	15h00	Bain à sec (BSE) : 321	Ref
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	
Hydrolyse	17/1/17	15h15		Code du tampon : 1001 1001.01 DLU* de la βGlu : 10.1.7 Etuve n° : 5	Ref
	17/1/17		16h15		
Deuxième extraction	17/1/17	16h35		Rapid Trace : RT120	Ref
	17/1/17		18h35		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	

*DLU: date limite d'utilisation

21

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 2/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Evaporation	17/4/17	18h40	19h55	Bain à sec (BSE) : S21	Ref
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Acétylation	17/4/17	20h00		DLU* Anhydride acétique : 21108 DLU* Pyridine : 21205	Ref
	18/4/17		9h10	Bain à sec (BSE) : ou Température ambiante	
Evaporation	18/4/17	9h10	9h30	Bain à sec (BSE) : S21	Ref
Troisième extraction	18/4/17	9h35		Rapid Trace : 071120	Ref
	18/4/17		11h00		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Evaporation	18/4/17	11h05	11h05	Bain à sec (BSE) : S24	Ref
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Ajout SI,	18/4/17	11h10		Code du SI (0,2mg/mL) : H67-	Ref
Mise en vial	18/4/17		14h20		
Evaporation	18/4/17	14h25		Bain à sec (BSE) : S21	Ref
	18/4/17		14h35		
Stockage à +4°C				Lieu : CH-FR 1	

Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume SI (µl)	2	20	2
Volume hexane (µl)	100	100	100

22

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 3/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	18/11/17	14h38			Ref
Injection CG/MS	18/11/17	16h40		MSD 22	Ref
	19/11/17		9h30		
Ajout du SI si nécessaire	19/11/17	12h40		Code du SI (200ng/μL) : H67- oode	Ref
Evaporation	19/11/17	12h15	12h20	Bain à sec (BSE) : S21	Ref
Stockage des vials à 4°C				Lieu : CH-FR.1	

Autres opérations (dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Analyse par GC/C/IRMS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (μl)	12	70	7
Volume final hexane (μl)	70	550	30
	2	1	3

23

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 4/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	19/11/07	12h22			Ref
Injection GC/C/IRMS	19/11/07	12h25		ISOPRIME 2	Ref

Autres opérations (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Ecart n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon

24

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-05 Version : B Date : 09/05/2006 1 / 2
METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE		

1. Préparation du Mix Acétate pour la GC/MS:

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactif et produits</u>
Prélever 100 µl de la solution Mix Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 100 µl d'hexane	Pipettman réglage de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	CONFIDENTIEL

2. Préparation du Mix Cal Acétate pour la GC/C/IRMS:

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactif et produits</u>
Prélever 50 µl de la solution Mix Cal Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Cal Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 50 µl d'hexane	Pipettman réglable de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	

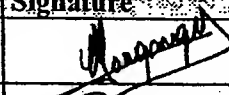
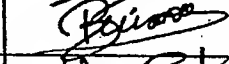
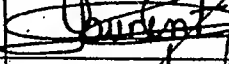

APPROUVÉ le

15 MAI 2006

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

25

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-05 Version : B Date :09/05/2006 2 / 2
METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	09/05/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	09/05/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	09/05/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	09/05/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	17/01/2006
B	ajout du mix cal acétate	09/05/2006

CONFIDENTIEL

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-52 Version : A Date :28/10/2005 1 / 2
ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS		

COLONNE

Type: DB17-MS JW Scien 122.4732
 Longueur: 30m
 Diamètre interne: 0.25mm
 Epaisseur du film: 0.25µm

INJECTION

ASSURANCE QUALITÉ
 LNDD

Mode: Splitless (insert splitless)
 Température injecteur: 280°C
 Volume injecté: 1µl
 Solvants de rinçage ALS: Solvant A: Acétonitrile
 Solvant B: Hexane

CONDITIONS GC:

APPLICABLE le

28 OCT. 2005

Température initiale: 70°C pendant 1 min
 Gradient de température: 70→270°C à 30°C/min
 270°C pendant 12 min
 270→300°C à 10°C/min
 300°C pendant 3 min
 Température finale: 25.67 min
 Temps d'analyse: 0.5 min
 Temps d'équilibrage de la colonne: Ajuster le SI à 10.7 min (+/-0.5min)
 Pression constante: 300°C
 Température de la ligne de transfert

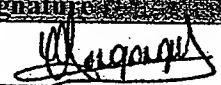
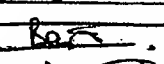
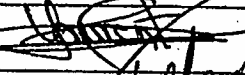
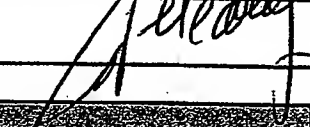
CONDITIONS SM:

Solvent delay: 9 min
 Température quad: 150°C
 Température Source: 230°C
 Fichier tune: Autotune
 Mode d'acquisition: Full scan 50-550 uma

CONFIDENTIEL

27

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-52 Version : A Date : 28/10/2005 2 / 2
ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélien LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	28/10/2005	
EVOLUTIONS			

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	28/10/2005

CONFIDENTIEL

Sequence Name: C:\MSDCHEM\1\sequence\2007\Avril07\1804.S

Comment:

Operator: 26

Data Path: D:\MSD22\2007\AVRIL07\1804\

Top Pre-Seq Cmd:
Instrument Control Pre-Seq Cmd:
Data Analysis Pre-Seq Cmd:

Top Post-Seq Cmd:
Instrument Control Post-Seq Cmd:
Data Analysis Post-Seq Cmd:

Method Sections To Run

(X) Full Method

() Reprocessing Only

On A Barcode Mismatch

(X) Inject Anyway

() Don't Inject

Line		Sample Name/Misc Info
1)	Calibration	1
	Datafile	1804MixAc01
	Method	MAN_52
2)	Calibration	2
	Datafile	1804MixAc02
	Method	MAN_52
3)	Blank	3 Blu1F3 MAN_52 Blu 1 F3
4)	Sample	4 423f3 MAN_52 A 825423 F3
5)	Blank	5 Blu1F2 MAN_52 Blu 1 F2
6)	Sample	6 423f2 MAN_52 A 825423 F2
7)	Blank	7 Blu1F1 MAN_52 Blu 1 F1
8)	Sample	8 423f1 MAN_52 A 825423 F1
9)	Blank	9 Blu2F3 MAN_52 Blu 2 F3
10)	Sample	10 426f3 MAN_52 A 825426 F3
11)	Blank	11 Blu2F2 MAN_52 Blu 2 F2
12)	Sample	12 426f2 MAN_52 A 825426 F2
13)	Blank	13 Blu2F1 MAN_52 Blu 2 F1
14)	Sample	14 426f1 MAN_52 A 825426 F1

Séquence vérifiée par : 22

Remarques :

Last Modified: Wed Apr 11 14:28:32 2007

Page: 1

LNDD 0760

D:\MsD22\2007\Avril07\1804\1804MixAc01.D

Data File Name 1804MixAc01.D

Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1804\

Operator 26

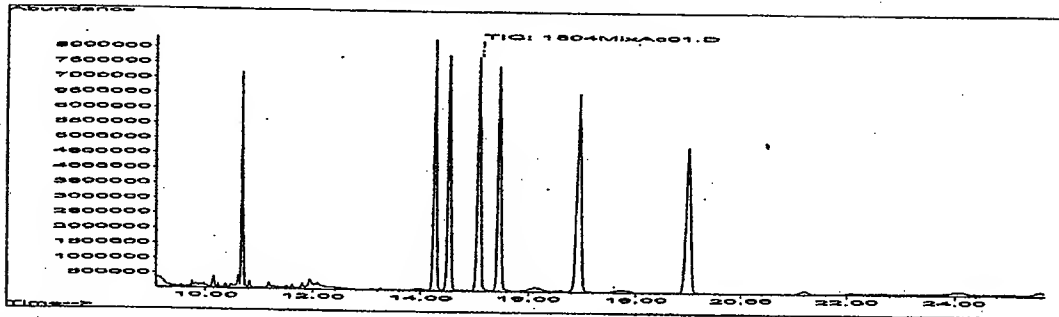
Date Acquired 4/18/2007 10:23

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name Mix Ac 50

Vial Number 1

Misc Info Mix Acétate 002 50ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	7,225,268
Etiocholanolone AC	14.29	1.339	272	13,952,405
Androsterone AC	14.55	1.364	272	22,700,310
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.11	1.416	256	14,013,359
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.48	1.450	316	17,354,583
11 KetoEtiocholanolone AC	16.97	1.590	271	18,284,831
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.03	1.783	284	16,595,726

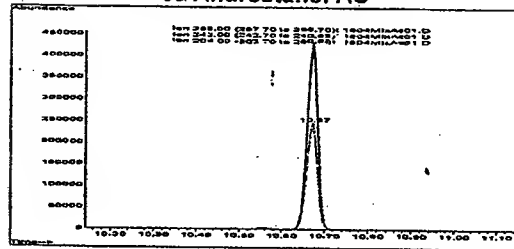
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	7,774,324	107.6
Etiocholanolone AC	257	9,126,593	65.4
Androsterone AC	257	10,079,996	44.4
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	11,978,668	85.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	11,119,314	64.1
11 KetoEtiocholanolone AC	191	16,072,469	87.9
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	9,678,602	58.3

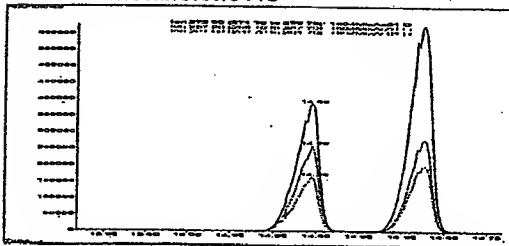
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	4,253,122	58.9
Etiocholanolone AC	201	5,951,814	42.7
Androsterone AC	218	7,268,034	32.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	11,098,501	79.2
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	9,137,287	52.7
11 KetoEtiocholanolone AC	286	10,598,234	58.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	4,282,278	25.8

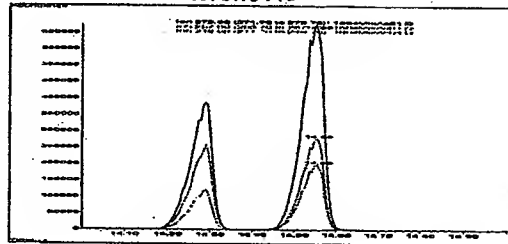
5a Androstanol AC



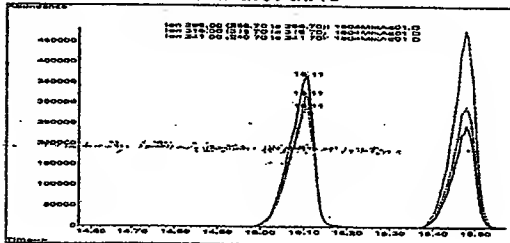
Etiocholanolone AC



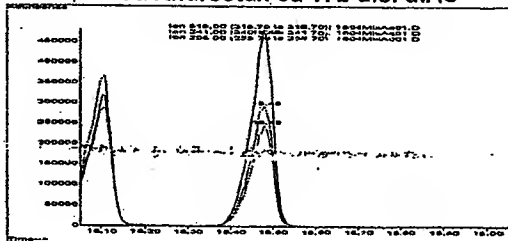
Androsterone AC



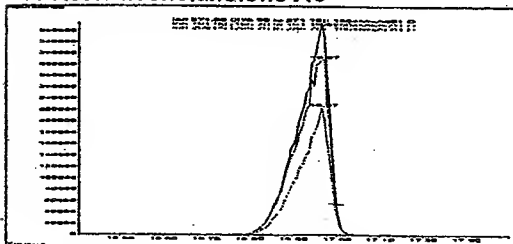
5b Androstan 3a 17b diol diAC



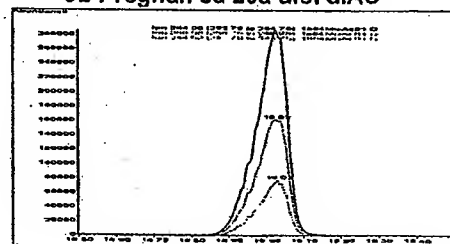
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

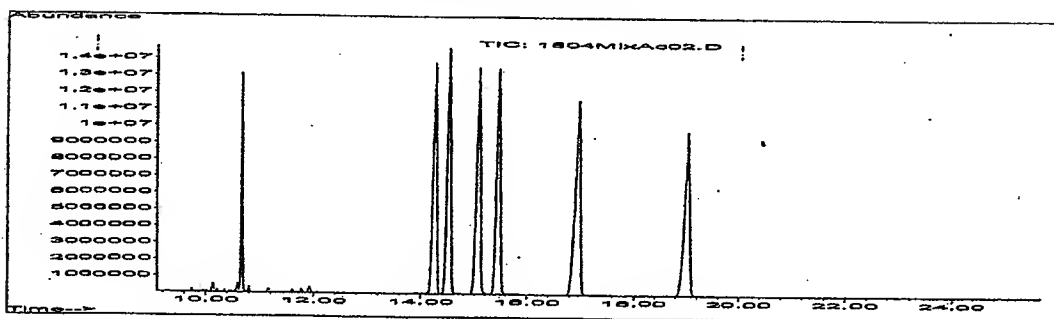


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\Msd22\2007\Avril07\1804\1804MixAc02.D

Data File Name 1804MixAc02.D
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\1804\
 Operator 26
 Date Acquired 4/18/2007 10:55
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Mix Ac 100
 Vial Number 2
 Misc Info Mix Acétate 002 100ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	18,215,812
Etiocholanolone AC	14.30	1.340	272	33,127,211
Androsterone AC	14.56	1.365	272	54,735,227
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.11	1.417	256	32,971,084
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.49	1.452	316	42,609,429
11 KetoEtiocholanolone AC	16.99	1.593	271	42,664,789
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.05	1.785	284	40,199,025

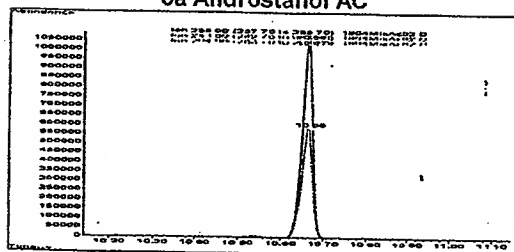
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	19,366,299	106.2
Etiocholanolone AC	257	21,542,237	65.0
Androsterone AC	257	24,121,267	44.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	29,100,836	88.3
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	25,930,474	60.9
11 KetoEtiocholanolone AC	191	36,984,442	86.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	23,130,632	57.5

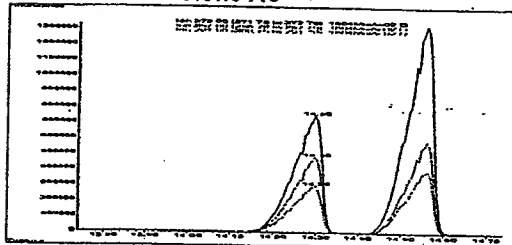
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	10,547,896	57.9
Etiocholanolone AC	201	13,490,759	40.7
Androsterone AC	218	17,071,062	31.2
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	25,585,959	77.6
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	21,811,708	51.2
11 KetoEtiocholanolone AC	286	25,436,479	59.6
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	10,643,184	26.5

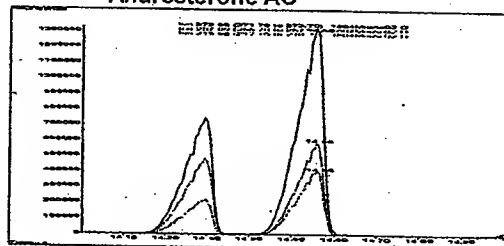
5a Androstanol AC



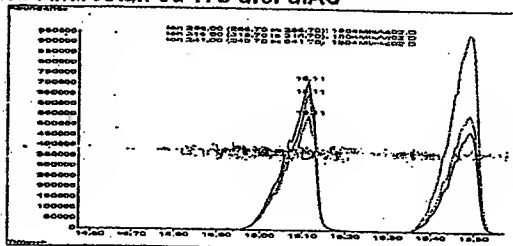
Etiocholanolone AC



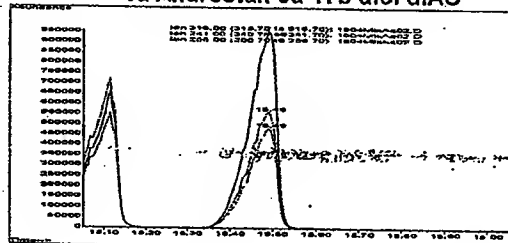
Androsterone AC



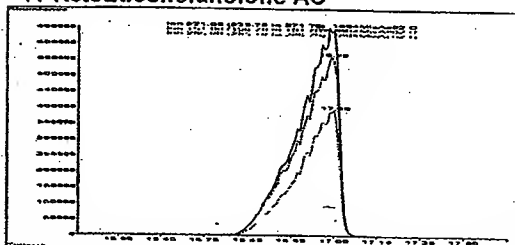
5b Androstan 3a 17b diol diAC



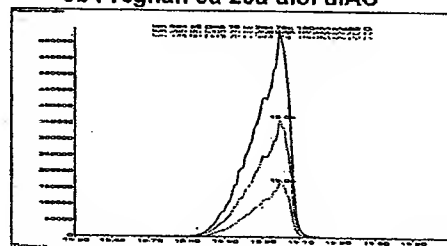
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\MSd22\2007\Avril07\1804\Blu2F1.D

Data File Name Blu2F1.D

Data File Path D:\MSd22\2007\Avril07\1804\

Operator 26

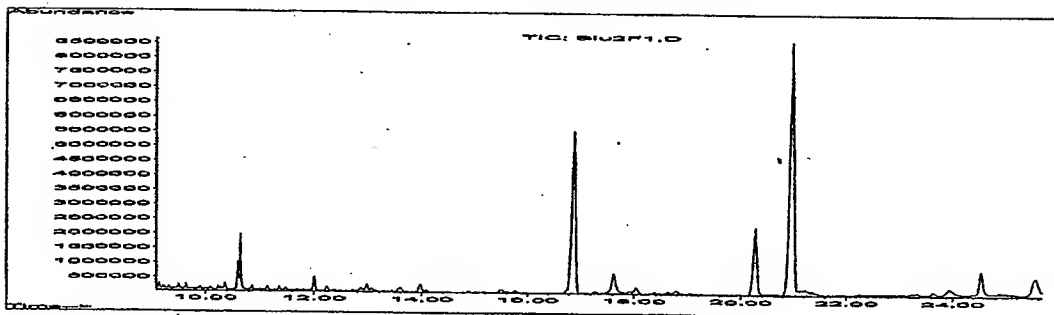
Date Acquired 4/18/2007 20:05

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name Blu 2 F1

Vial Number 13

Misc Info Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.65		258	2,485,526
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	16.90	1.587	271	15,206,066
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

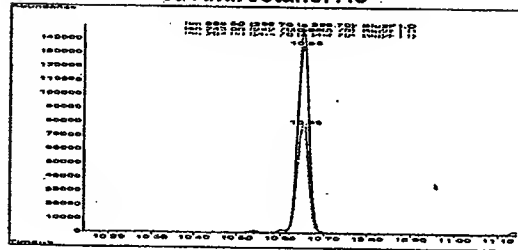
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	2,697,652	108.5
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	13,395,762	88.1
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

M3 signal

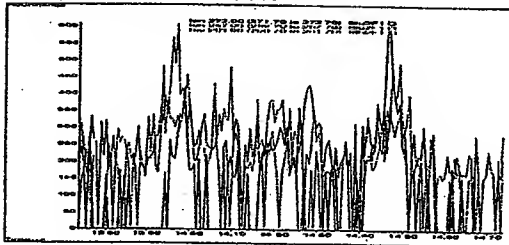
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,452,233	58.4
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	8,863,610	58.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

34

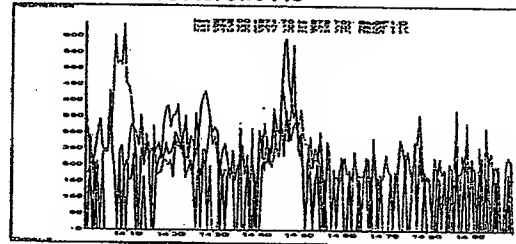
5a Androstanol AC



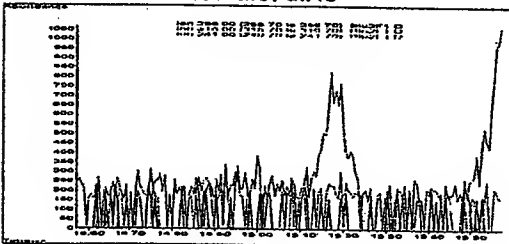
Etiocholanolone AC



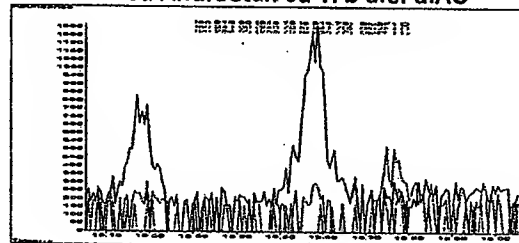
Androsterone AC



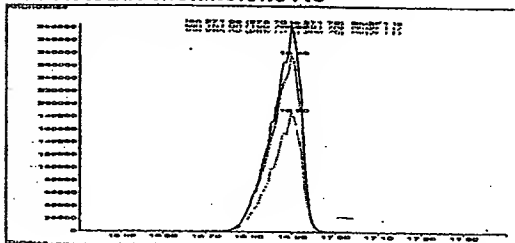
5b Androstan 3a 17b diol dIAC



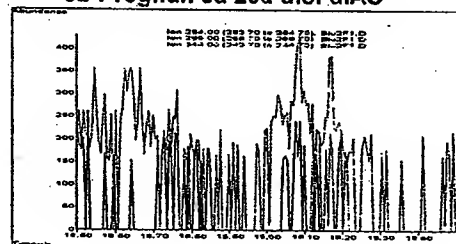
5a Androstan 3a 17b diol dIAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol dIAC



Data File Name 426f1.D

Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1804\

Operator 26

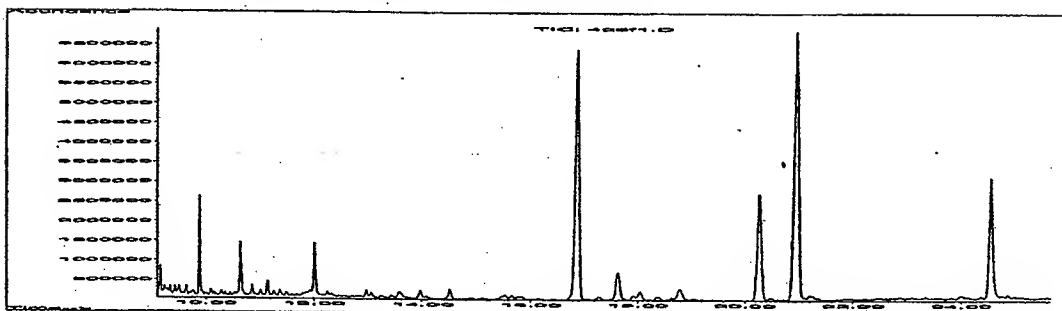
Date Acquired 4/18/2007 20:37

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name A 825426 F1

Vial Number 14

Misc Info A 825426 Fraction 1 dans 100µL

**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.65		258	877,780
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	16.91	1.588	271	18,068,955
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

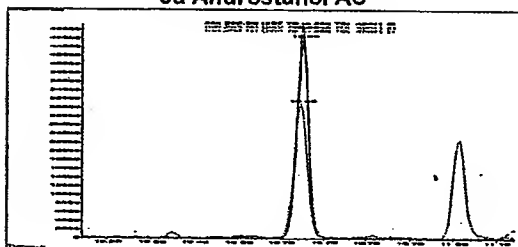
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	971,914	110.7
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	15,753,890	87.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

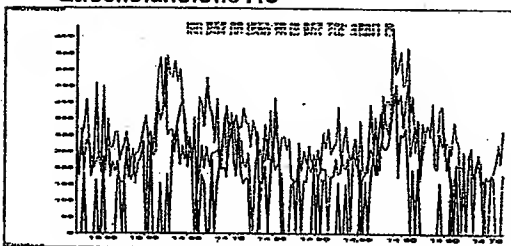
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	679,622	77.4
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	10,679,035	59.1
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

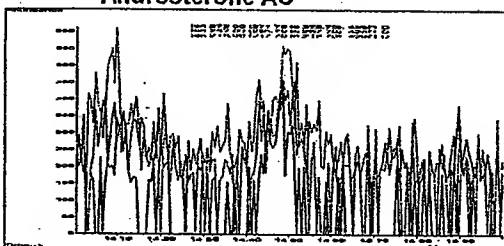
5a Androstanol AC



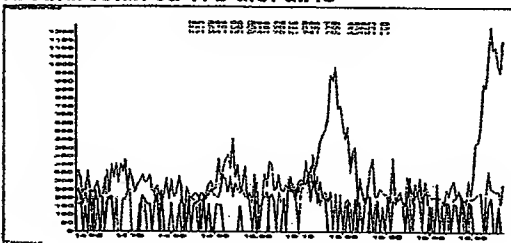
Etiocholanolone AC



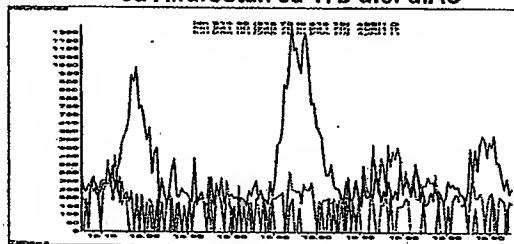
Androsterone AC



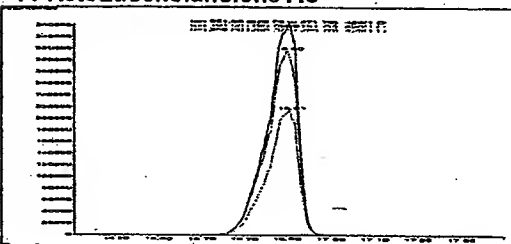
5b Androstan 3a 17b diol diAC



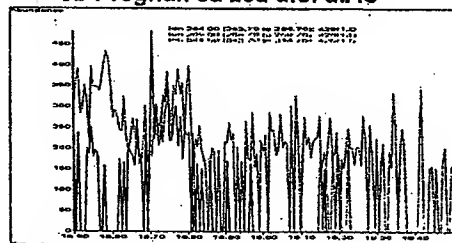
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



37

D:\MsD22\2007\Avril07\1804\Blu2F2.D

Data File Name Blu2F2.D

Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1804\

Operator 26

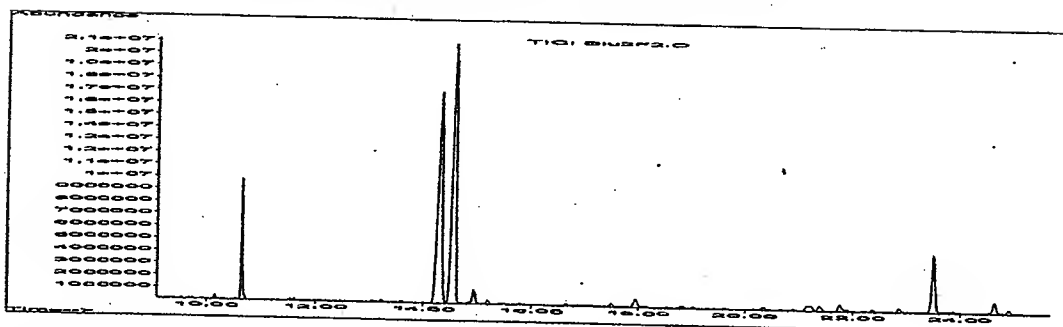
Date Acquired 4/18/2007 19:00

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name Blu 2 F2

Vial Number 11

Misc Info Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	12,994,076
Etiocholanolone AC	14.33	1.344	272	47,303,132
Androsterone AC	14.59	1.369	272	94,457,544
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

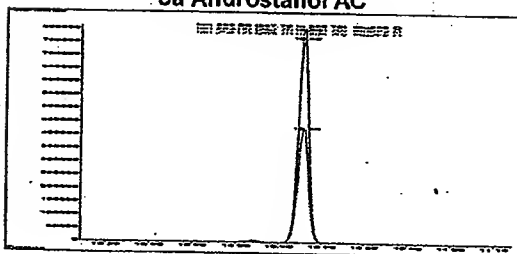
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	13,939,668	107.3
Etiocholanolone AC	257	29,865,028	63.1
Androsterone AC	257	40,784,119	43.2
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

M3 signal

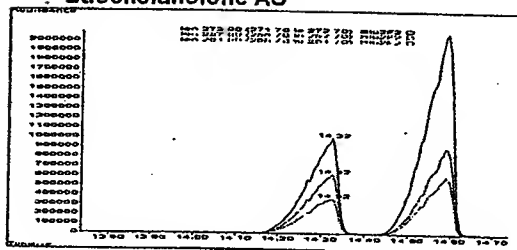
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	7,437,176	57.2
Etiocholanolone AC	201	18,553,290	39.2
Androsterone AC	218	29,181,479	30.9
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

38

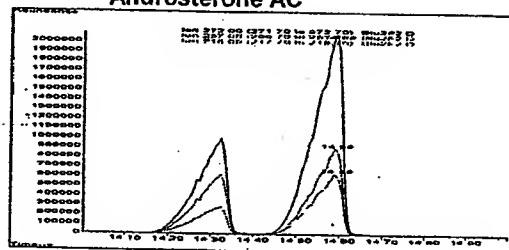
5a Androstanol AC



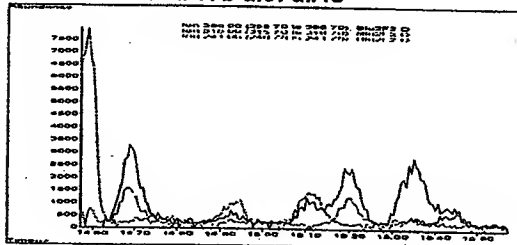
Etiocholanolone AC



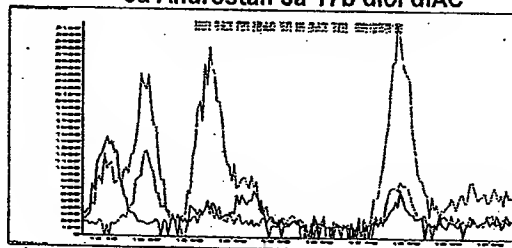
Androsterone AC



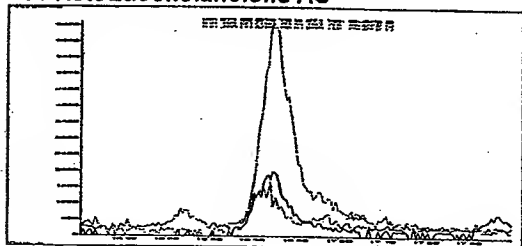
5b Androstan 3a 17b diol dIAC



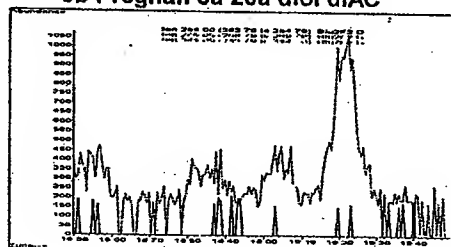
5a Androstan 3a 17b diol dIAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol dIAC



Data File Name 426f2.D

Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1804\

Operator 26

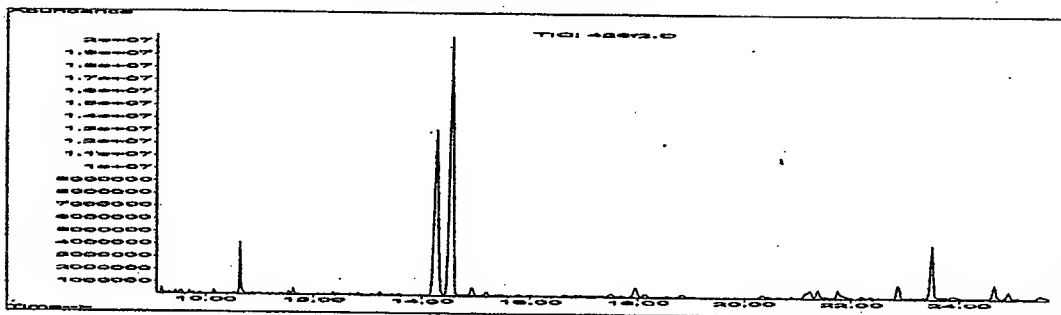
Date Acquired 4/18/2007 19:33

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name A 825426 F2

Vial Number 12

Misc Info A 825426 Fraction 2 dans 400µL

**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	-Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	5,210,659
Etiocholanolone AC	14.30	1.342	272	31,582,366
Androsterone AC	14.58	1.368	272	84,709,594
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

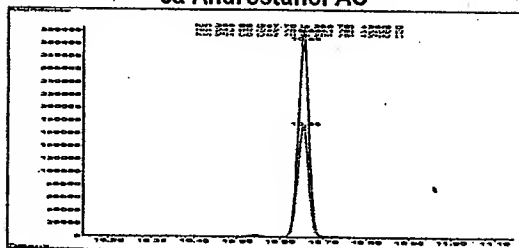
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,638,546	108.2
Etiocholanolone AC	257	20,045,913	63.5
Androsterone AC	257	36,546,833	43.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

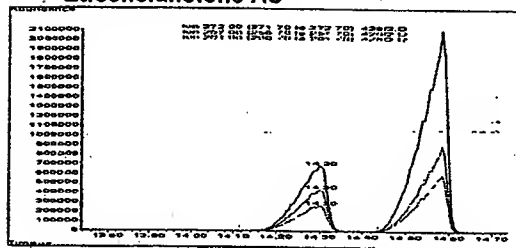
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,021,340	58.0
Etiocholanolone AC	201	12,747,099	40.4
Androsterone AC	218	26,160,544	30.9
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

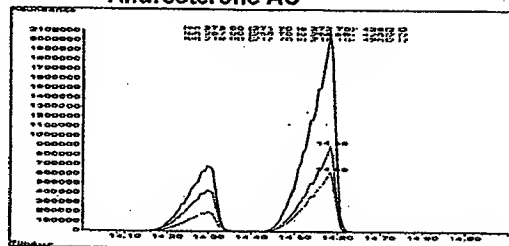
5a Androstanol AC



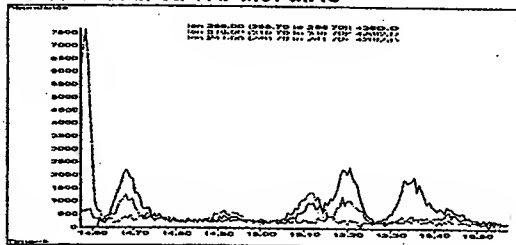
Etiocholanolone AC



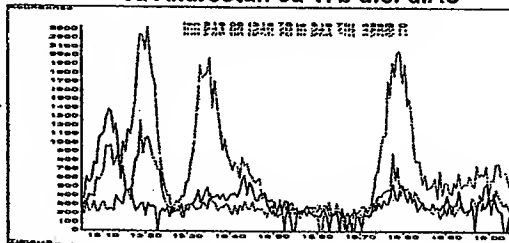
Androsterone AC



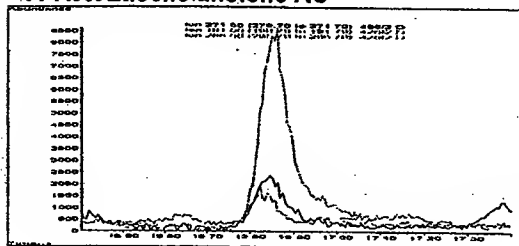
5b Androstan 3a 17b diol diAC



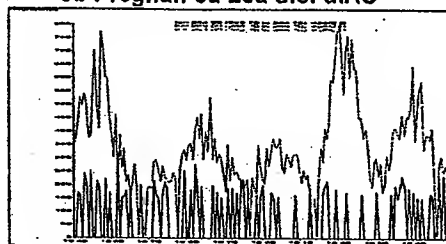
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiochoianolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name Blu2F3.D

Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\1804\

Operator 26

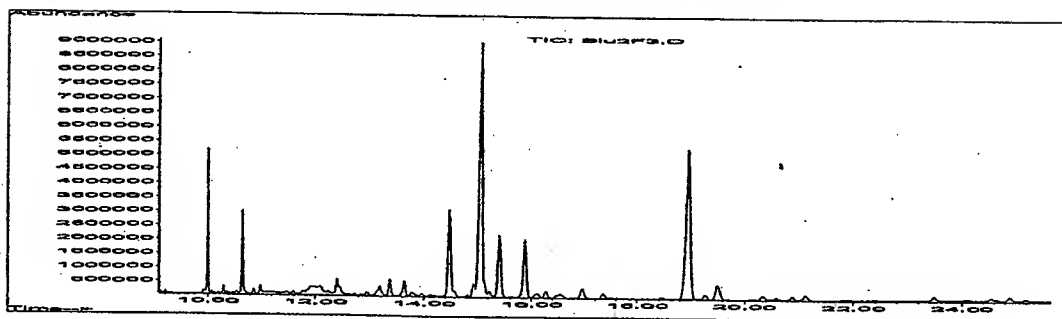
Date Acquired 4/18/2007 17:56

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name Blu 2 F3

Vial Number 9

Misc Info Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL

**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.65		258	3,762,096
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.07	1.415	256	17,618,673
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.40	1.446	316	4,846,640
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	18.97	1.781	284	18,844,225

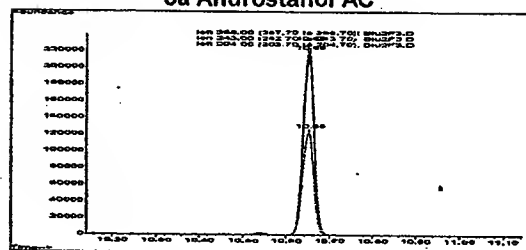
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	4,083,568	108.5
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	15,566,101	88.4
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	3,168,603	65.4
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	10,767,105	57.1

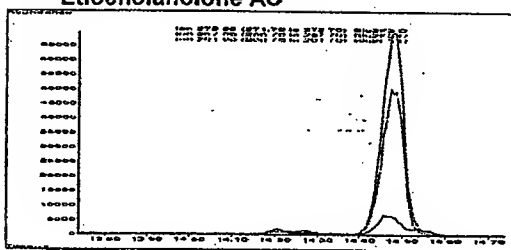
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,197,097	58.4
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	14,183,228	80.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	2,560,583	52.8
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	5,185,880	27.5

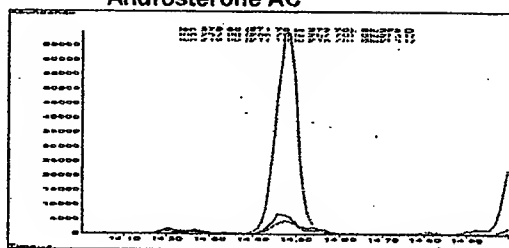
5a Androstanol AC



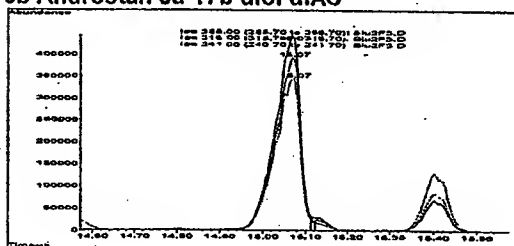
Etiocholanolone AC



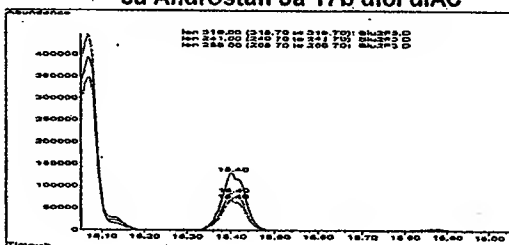
Androsterone AC



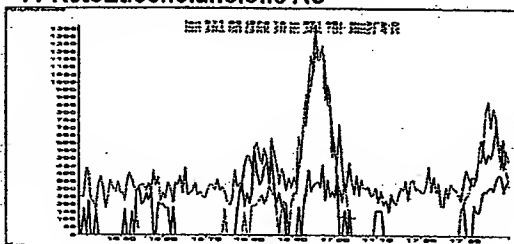
5b Androstan 3a 17b diol diAC



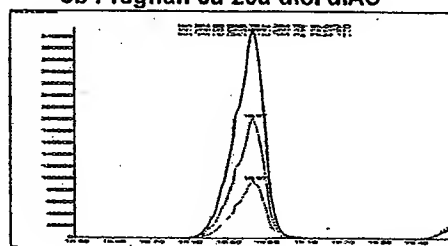
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 426f3.D

Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1804\

Operator 26

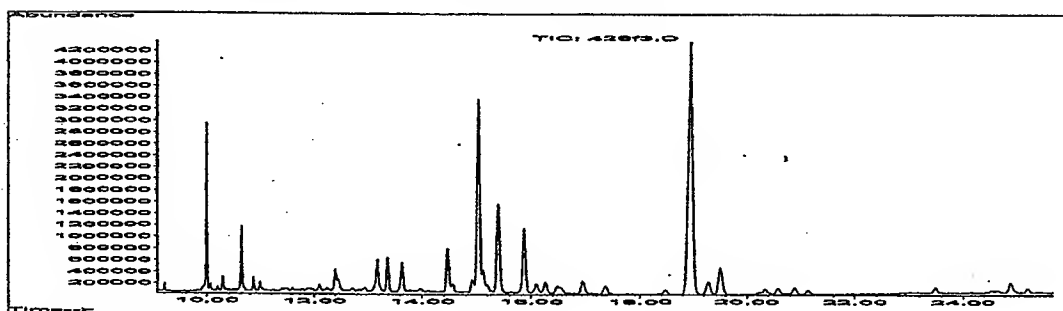
Date Acquired 4/18/2007 18:28

Acq. Method File MAN_52.M.

Sample Name A 825426 F3

Vial Number 10

Misc Info A 825426 Fraction 3 dans 100µL

**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Nome	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.65		258	1,321,746
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.03	1.412	256	5,341,103
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.41	1.446	316	3,084,610
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	18.97	1.781	284	13,928,569

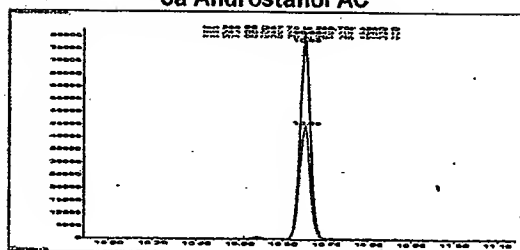
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	1,422,771	107.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	4,379,360	82.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	2,112,312	68.9
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	8,062,204	57.9

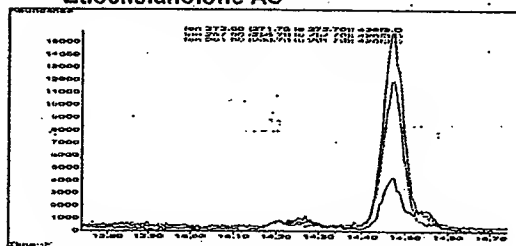
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	773,922	58.6
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	4,294,081	80.4
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	1,695,012	55.3
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	3,744,982	26.9

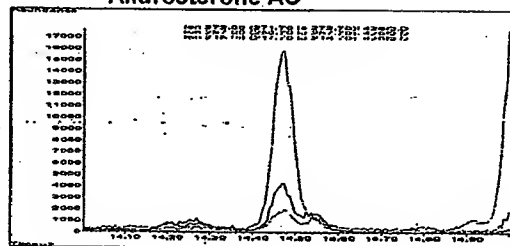
5a Androstanol AC



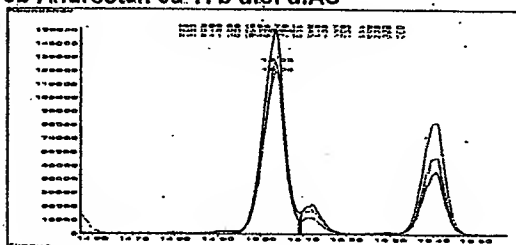
Etiocholanolone AC



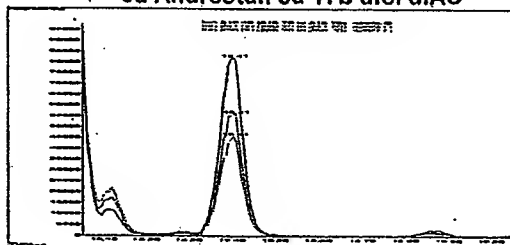
Androsterone AC



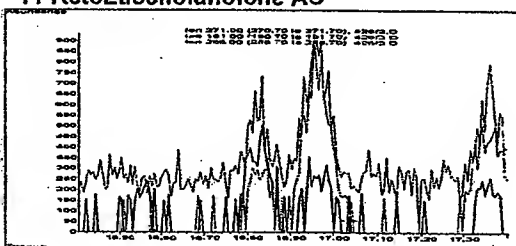
5b Androstan 3a,17b diol diAC



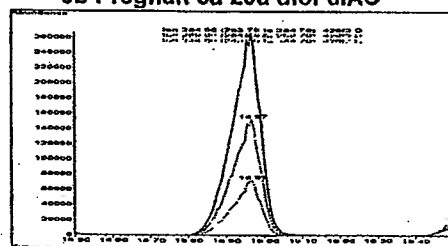
5a Androstan 3a,17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a,20a diol diAC



45

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11C Version : A Date : 21/03/2007
		1/1
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM EN VUE D'UNE CONFIRMATION IRMS		

Appareil : n5022

Date : 17/4/7

1 - Source d'ionisation et étanchéité du système :

MSD Ion 69 ou 219 majoritaire
Abondance de l'ion 502 > 3%
18/69 (H2O), 28/69(N2), 32/69(O2), 44/69 (CO2) < 10%

Oui	Non	Code op
1		12
1		12
1		12

Observations :

2- Conformité du Mix

	Fichier	Oui	Non	Code op
Mix	1804 Mix Ac 01	1		12
Mix	1804 Mix Ac 02	1		12
Mix				
Mix				
Mix				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				

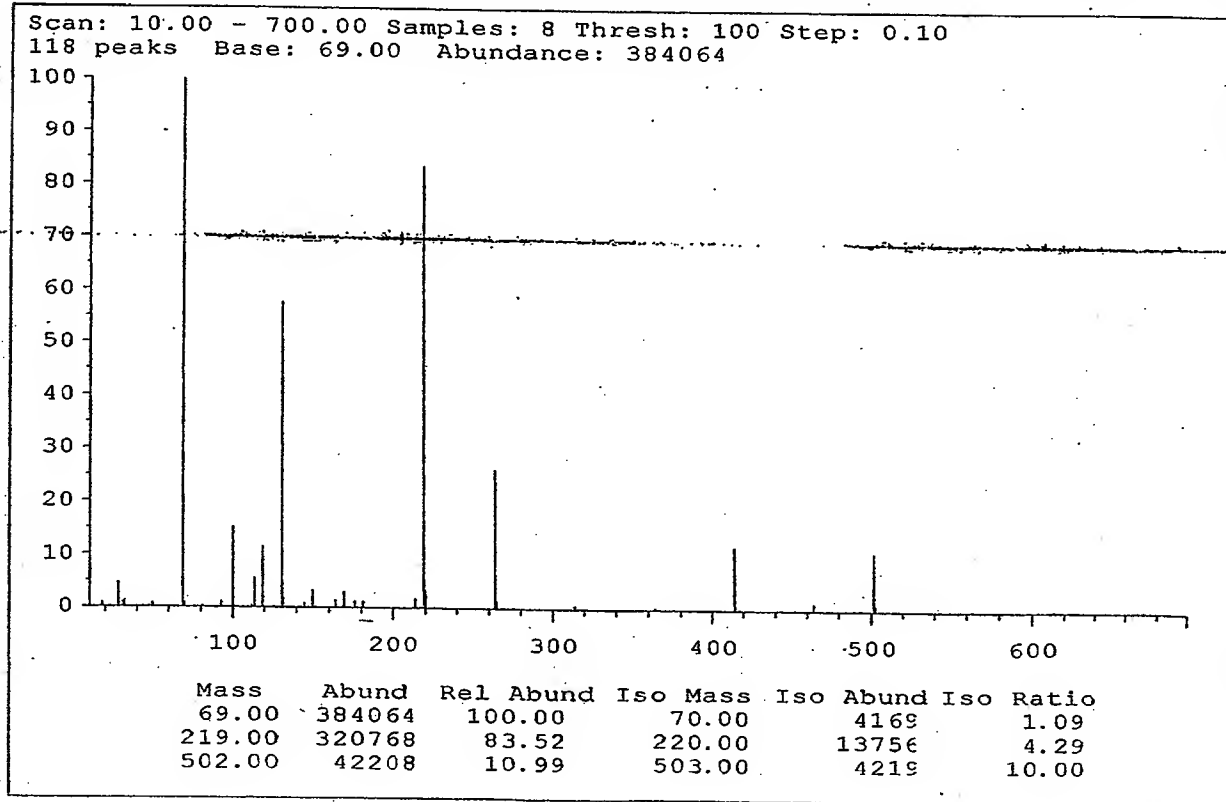
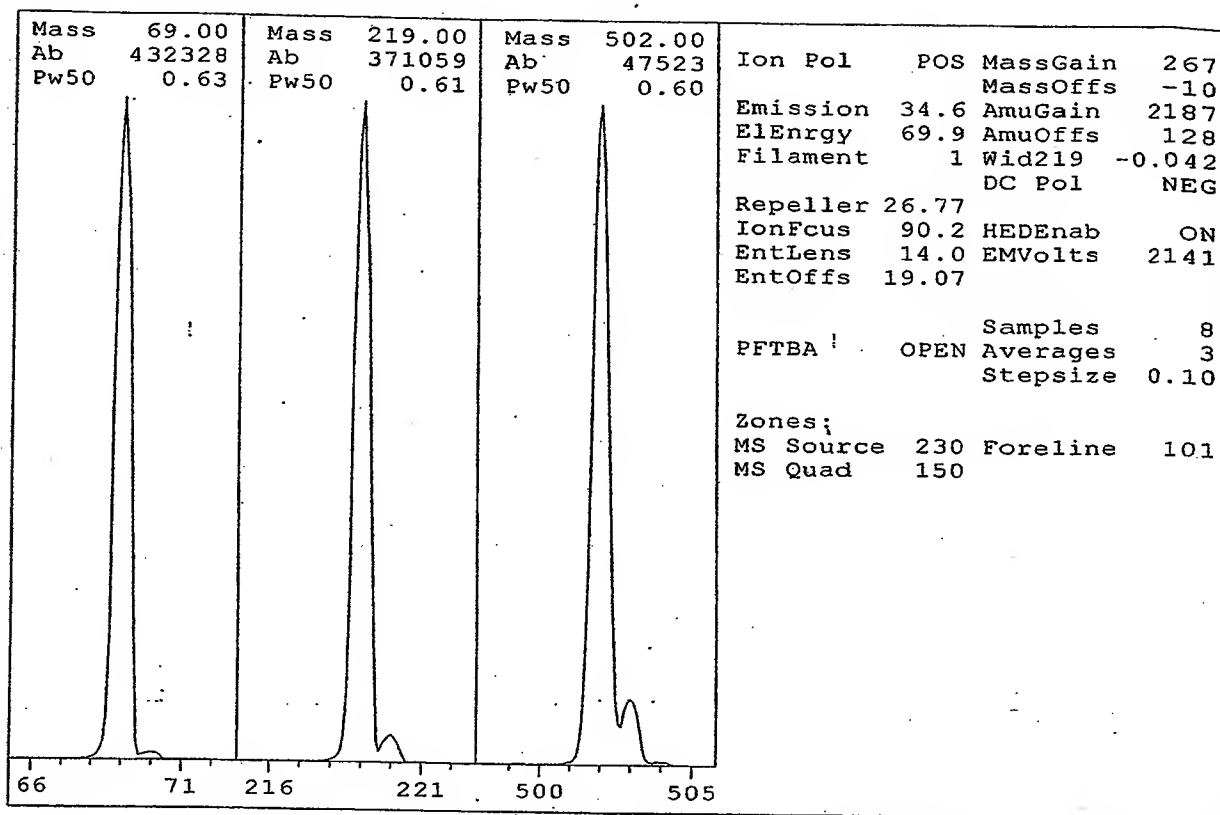
Observations éventuelles du responsable :

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

Wed Apr 18 08:50:06 2007
C:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

5973 Autotune

Instrument: MSD22



47

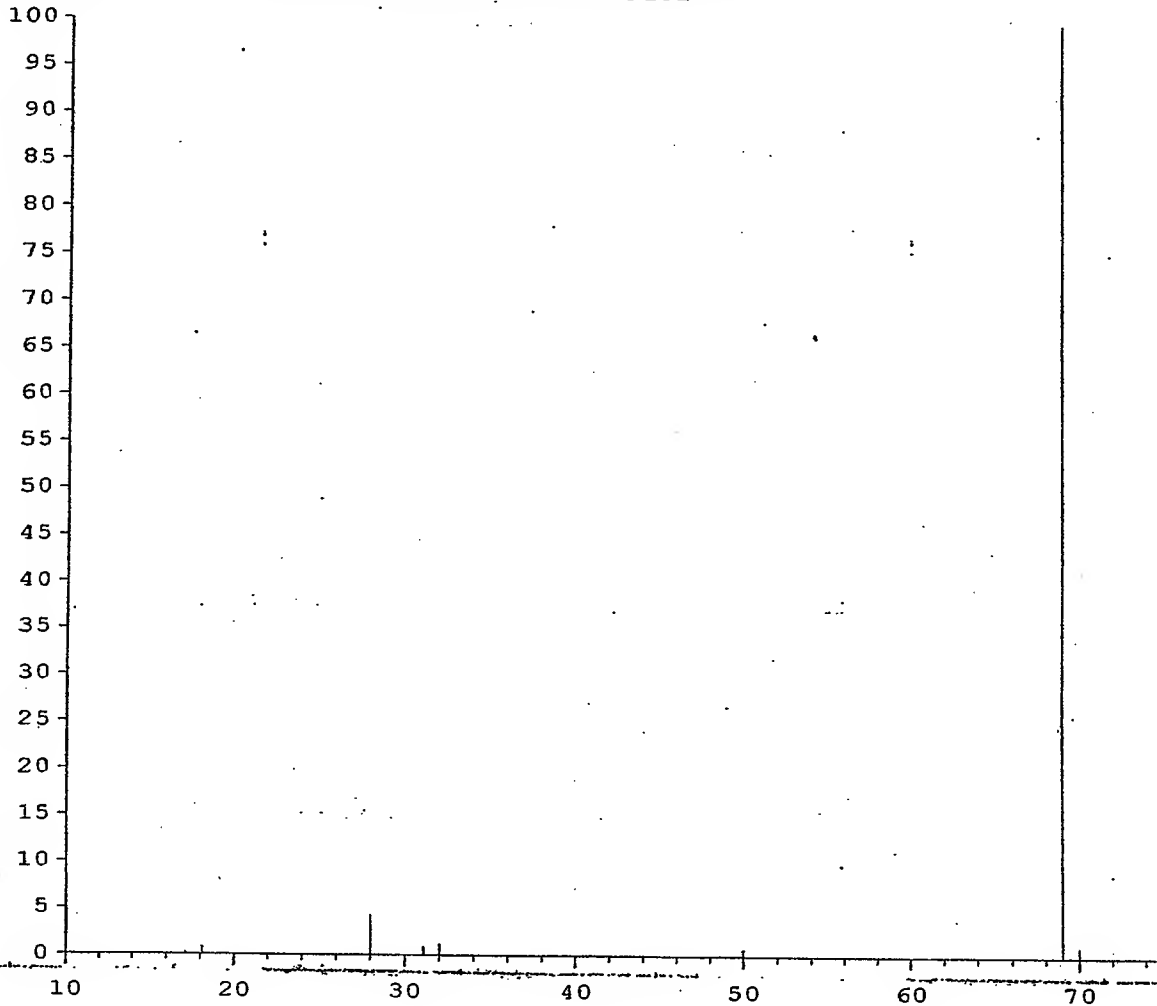
5973 Air and Water Check

Instrument: MSD22

Wed Apr 18 08:51:27 2007

C:\MSDCHEM\1\5973N\

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10
66 peaks Base: 69.00 Abundance: 409152



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	409152	100.00	70.00	4572	1.12
18.10	3435	0.84	0.00	C	0.00
28.00	17784	4.35	29.10	221	1.24

Current Params used: ATUNE.U

Relative abundances:

18/69 = 0.84	Water%
28/69 = 4.35	Nitrogen%
32/69 = 1.26	Oxygen%
44/69 = 0.11	Carbon Dioxide%
28/18 = 517.73	Nitrogen/Water%

48

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
			1/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Echantillon : A 825426

Tolérances fixées par l'AMA (document : WADA Technical Document - TD2003IDCR)

Tolérances sur le tr et le trr : +/-1% ou +/- 0,2 min (prendre la plus faible des deux)

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FOMULAIRES ORIGINAUX

Pour les abondances relatives > 50% il est admis +/- 10% (en absolu) de variation
 25 < ab < 50% +/- 20% (en relatif)
 < 25% +/- 5% (en absolu)

Calcul des abondances en : Tabulation: Surface: x Hauteur:

Standard Interne:

	Mix	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Tr (min)	10,67	10,65	10,66	10,65
Fichier	1804Mix Ac01	426f1	426f2	426f3

Substance caractérisée : 11 Kétoéthiocholanolone AC Fichier : 426f1

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	16,97	1,590	100	87,9	58,0	16,91	1,588	100	87,2	59,1
Tolérance basse	16,80	1,574		77,9	48,0					
Tolérance haute	17,14	1,606		97,9	68,0					

Concordance des Tr : oui X non
 Concordance des Trr : oui X non
 Concordance globale des abondances relatives : oui X non

Substance caractérisée : Etiocholanolone AC Fichier : 426f2

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,29	1,339	100	65,4	42,7	14,30	1,342	100	63,5	40,4
Tolérance basse	14,15	1,326		55,4	34,2					
Tolérance haute	14,43	1,352		75,4	51,2					

Concordance des Tr : oui X non
 Concordance des Trr : oui X non
 Concordance globale des abondances relatives : oui X non

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
			2/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Substance caractérisée :

Androstérone AC

Fichier :

426f2

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,55	1,364	100	44,4	32,0	14,58	1,368	100	43,1	30,9
Tolérance basse	14,40	1,350		35,5	25,6					
Tolérance haute	14,70	1,378		53,3	38,4					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Substance caractérisée :

5b Androstane-3a,17b-diol diAC

Fichier :

426f3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15,11	1,416	100	85,5	79,2	15,03	1,412	100	82,0	80,4
Tolérance basse	14,96	1,402		75,5	69,2					
Tolérance haute	15,26	1,430		95,5	89,2					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

Substance caractérisée :

5a Androstane-3a,17b-diol diAC

Fichier :

426f3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15,48	1,450	100	64,1	52,7	15,41	1,446	100	68,9	55,3
Tolérance basse	15,33	1,436		54,1	42,7					
Tolérance haute	15,63	1,465		74,1	62,7					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

Substance caractérisée :

5b Prénane-3a,20a-diol diAC

Fichier :

426f3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	19,03	1,783	100	58,3	25,8	18,97	1,781	100	57,9	26,9
Tolérance basse	18,84	1,765		48,3	20,6					
Tolérance haute	19,22	1,801		68,3	31,0					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

50

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-09 Version : B Date : 20/09/2006 3/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS		

Substance caractérisée :

Fichier :

Mix					Echantillon				
Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
		100					100		
Tolérance basse									
Tolérance haute									

Concordance des Tr :

oui

non

Concordance des Trr :

oui

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

non

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Substance caractérisée :

Fichier :

Mix					Echantillon				
Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
		100					100		
Tolérance basse									
Tolérance haute									

Concordance des Tr :

oui

non

Concordance des Trr :

oui

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

non

Paraphe et code opérateur :

Ref

Partie à remplir par le responsable :

Caractérisation formelle de tous les analytes :

oui

non

Paraphe et code opérateur :

10 CB

Date:

20/04/07

Observations :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation de l'échantillon

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN -41
		Version : B Date :28/10/2005 1 / 2
MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI		

COLONNE

Type:	DB17-MS JW Scien 122.4732	
Longueur:	30m	
Diamètre interne:	0.25mm	
Epaisseur du film:	0.25µm	ASSURANCE QUALITÉ LNDD

INJECTION

Mode:	Splitless (insert splitless)	
Température injecteur:	280°C	
Volume injecté:	1µl-4µl	
Solvants de rinçage ALS:	Solvant A: Acétonitrile Solvant B: Hexane	APPLICABLE le

CONDITIONS GC

Température initiale:	70°C pendant 1 min
Gradient de température:	70→271°C à 30°C/min 271°C→281°C à 0.6°C/min 281°C pendant 3 min 281→300°C à 5°C/min 300°C pendant 5 min <i>John</i>
Température finale:	45 min
Temps d'analyse:	
Pression constante:	Ajuster le SI à environ 870s

INTERFACE

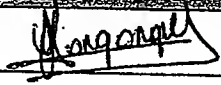
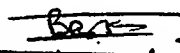

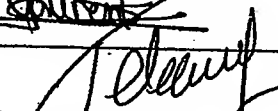
Piège à eau:	-100°C
Ligne de transfert:	350°C
Four à combustion:	850°C

CONFIDENTIEL

CONDITIONS SM

Mode d'acquisition:	ions 44, 45 et 46
Programmation de l'acquisition:	Temps d'acquisition total:2580s à 100s RG open à 130s RG close à 160s RG open à 190s RG close à 220s RG open à 250s RG close à 750s HS close à 2000s HS open à 2400s RG open à 2430s RG close à 2460s RG open à 2490s RG close à 2510s RG open à 2540s RG close

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 2 / 2
MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélie LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	28/10/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	27/05/2002
A	Acceptation du projet après conversion du tr du SI en seconde, création de la version A	14/10/2002
B	Révision biennale	28/10/2005

CONFIDENTIEL

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-INFO Version : D Date : 05/10/2006 1/1
		COMPLEMENT TRANSITOIRE D'UN DOCUMENT QUALITE

Cet enregistrement n'est à utiliser que si la modification est URGENTE et majeure et/ou conséquente et/ou applicable à plusieurs documents

Référence(s) du(des document(s) qualité concerné(s) : *n-AN-41 (Vis. B)*

Durée d'application de la modification:

☐ TEMPORAIRE, date de début d'application : date de fin d'application:

☒ DEFINITIVE (modification à apporter dans la prochaine version du(des) doc. concerné(s))

date de début d'application: *15.01.07*

Modification apportée :

CONFIDENTIEL

- Pour analyser la Testosterone xule, modification des conditions Sn au niveau de la programmation de l'acquisition (n-AN41B pour l'instrument) :

100 RG open	2430 RG close
130 RG close	2460 RG open
160 RG open	2490 RG close
190 RG close	2510 RG open
220 RG open	
250 RG close	
750 HS close	
1150 HS open	
1300 HS close	
2000 HS open	

ASSURANCE QUALITÉ
a f l d
Département des Analyses

VISA DU RESPONSABLE TECHNIQUE:

[Signature]

Identification par un NUMERO. *95*
et validation de cet enregistrement par l'Assurance Qualité (tampon)

L'original de cet enregistrement est à archiver vivant à l'Assurance Qualité

54

Masslynx - Sample List

Page 1

Sample List: C:\Masslynx Projects\contrôle2007.PRO\SampleDB\1904.spl
Printed: Thu Apr 19 17:30:23 2007

Page Position: (1, 1)

File Name	File Text	MS File	Inlet File	Bottle	Inject Volume	Process	Process Options
1 1904stabilite1	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	---
2 1904stabilite2	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	---
3 1904stabilite3	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	---
4 1904MixCalIRMS01	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	---
5 1904MixCalIRMS02	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	---
6 1904MixCalIRMS03	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	---
7 1904MixCalAcetate01	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	---
8 1904Blu1F3	Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3/40uL	M-AN41	M-AN41	3	30.000	IsoPrimeDP	---
9 1904426F3	A 825426 Fraction 3/30uL	M-AN41	M-AN41	4	30.000	IsoPrimeDP	---
10 1904Blu1F2	Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2/700uL	M-AN41	M-AN41	5	20.000	IsoPrimeDP	---
11 1904426F2	A 825426 Fraction 2/550uL	M-AN41	M-AN41	6	20.000	IsoPrimeDP	---
12 1904Blu1F1	Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1/70uL	M-AN41	M-AN41	7	20.000	IsoPrimeDP	---
13 1904426F1	A 825426 Fraction 1/70uL	M-AN41	M-AN41	8	20.000	IsoPrimeDP	---
14 1904Blu2F3	Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 3/40uL	M-AN41	M-AN41	9	30.000	IsoPrimeDP	---
15 1904426F3	A 825428 Fraction 3/20uL	M-AN41	M-AN41	10	30.000	IsoPrimeDP	---
16 1904Blu2F2	Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 2/700uL	M-AN41	M-AN41	11	20.000	IsoPrimeDP	---
17 1904426F2	A 825428 Fraction 2/400uL	M-AN41	M-AN41	12	30.000	IsoPrimeDP	---
18 1904Blu2F1	Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 1/80uL	M-AN41	M-AN41	13	20.000	IsoPrimeDP	---
19 1904426F1	A 825428 Fraction 1/25uL	M-AN41	M-AN41	14	20.000	IsoPrimeDP	---
20 1904MixCalAcetate02	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	---

Séquence vérifiée par : *22.149*

Remarques :

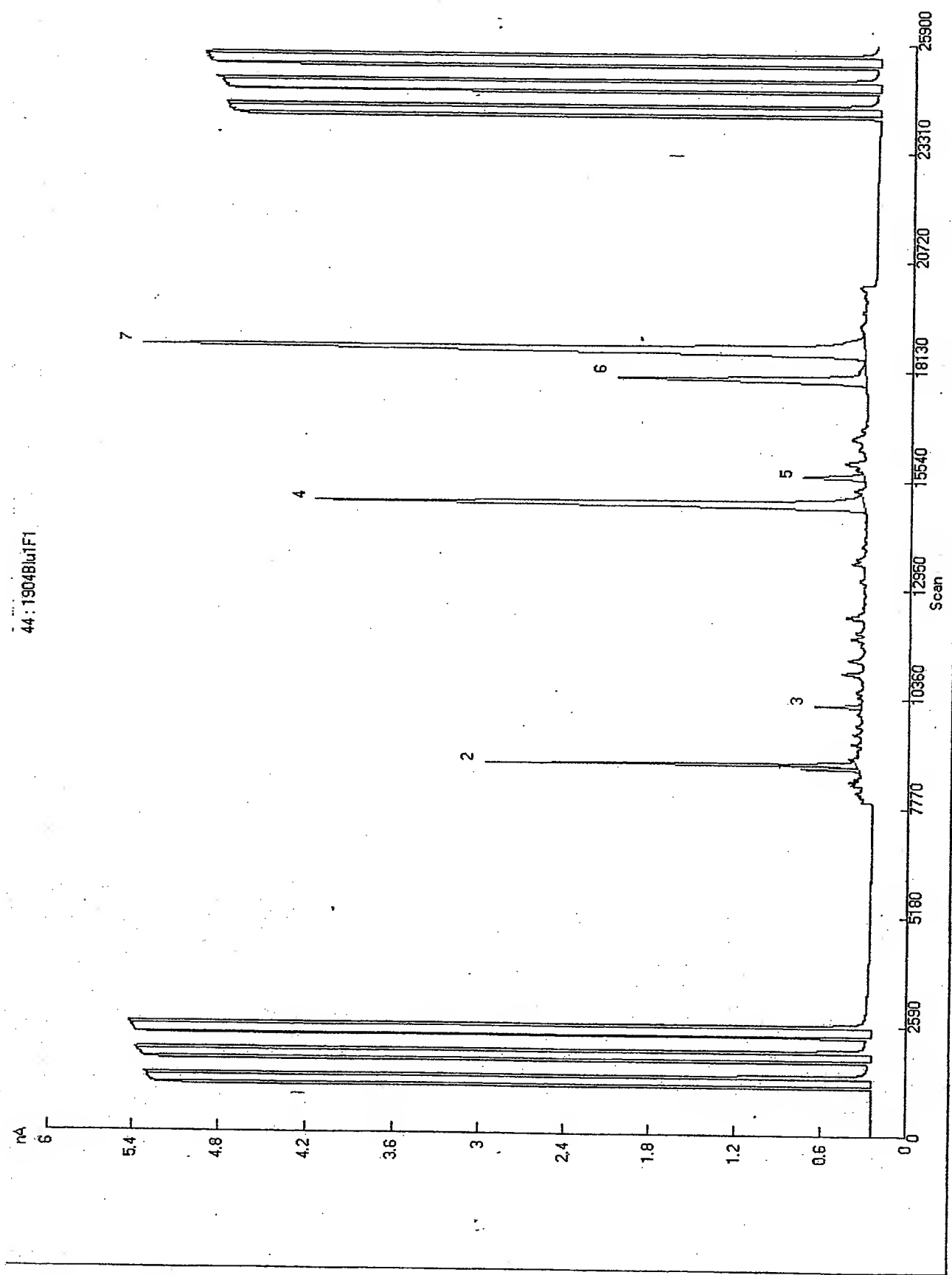
Sample List: C:\Masslynx Projects\contrôle2007.PRO\SampleDB\1904.spl
 Printed: Thu Apr 19 19:46:50 2007

Page Position: (1, 1)

File Name	File Text	MS File	Inlet File	Bottle	Inject Volume	Process	Sample Type	Process Options
1 1904stabilite1	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	---	---
2 1904stabilite2	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	---	---
3 1904stabilite3	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	---	---
4 1904MixCalIRMS01	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	---	---
5 1904MixCalIRMS02	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	---	---
6 1904MixCalIRMS03	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	---	---
7 1904MixCalAcetate01	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	---	---
8 1904Blu1F3	Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3/40uL	M-AN41	M-AN41	3	30.000	IsoPrimeDP	---	---
9 1904426F3	A 825426 Fraction 3/30uL	M-AN41	M-AN41	4	30.000	IsoPrimeDP	---	---
10 1904Blu1F2	Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2/700uL	M-AN41	M-AN41	5	20.000	IsoPrimeDP	---	---
11 1904426F2	A 825426 Fraction 2/550uL	M-AN41	M-AN41	6	20.000	IsoPrimeDP	---	---
12 1904Blu1F1	Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1/70uL	M-AN41	M-AN41	7	20.000	IsoPrimeDP	---	---
13 1904426F1	A 825426 Fraction 1/70uL	M-AN41	M-AN41	8	20.000	IsoPrimeDP	---	---
14 1904Blu2F3	Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 3/40uL	M-AN41	M-AN41	9	30.000	IsoPrimeDP	---	---
15 1904426F3	A 825428 Fraction 3/20uL	M-AN41	M-AN41	10	30.000	IsoPrimeDP	---	---
16 1904426F3-2	A 825428 Fraction 3/15uL	M-AN41	M-AN41	10	30.000	IsoPrimeDP	---	---
17 1904Blu2F2	Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 2/700uL	M-AN41	M-AN41	11	20.000	IsoPrimeDP	---	---
18 1904426F2	A 825428 Fraction 2/400uL	M-AN41	M-AN41	12	30.000	IsoPrimeDP	---	---
19 1904Blu2F1	Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 1/80uL	M-AN41	M-AN41	13	20.000	IsoPrimeDP	---	---
20 1904426F1	A 825428 Fraction 1/25uL	M-AN41	M-AN41	14	20.000	IsoPrimeDP	---	---
21 1904MixCalAcetate02	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	---	---

Séquence vérifiée par : 49/12/06

Remarques :



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904Blur1F1.raw	Acquisition Date: 19/4/07 15:40
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spl	Injection Volume: 20
Line: 12	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1/70ul	

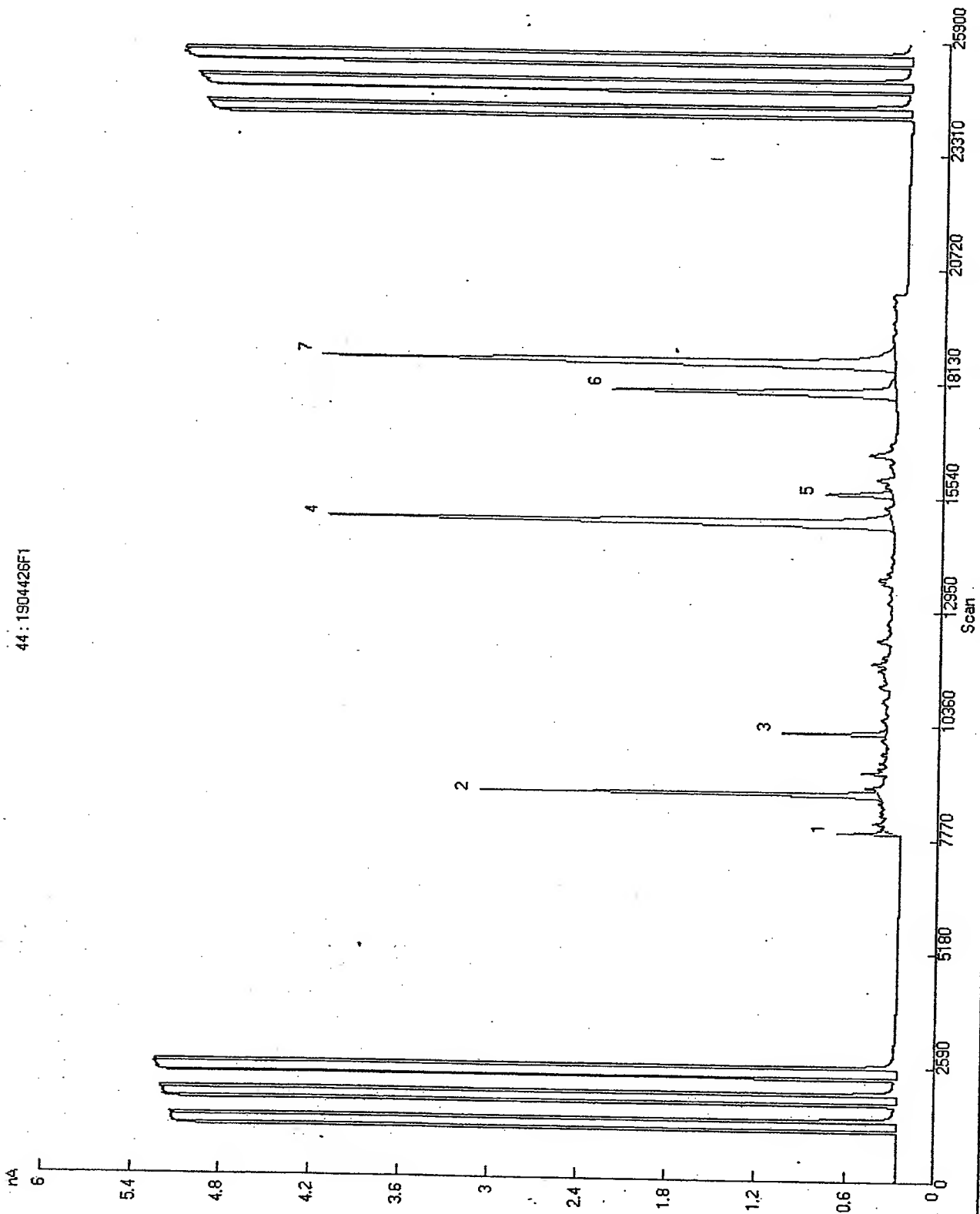
Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Cralg	
Elemental delta	Molecular delta
Label: Value:	Label: Value:
Ratio 1: 13C -36.3	delta 45 -34.63
Ratio 2: 18O -20	delta 46 -20.06
	wrt: PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.03	127.7	1.1682E-02	3.8100E-03
2	5.09	187.6	1.1683E-02	3.8091E-03
3	5.15	247.6	1.1683E-02	3.8079E-03
11	4.54	2427.3	1.1681E-02	3.8110E-03
12	4.59	2487.2	1.1680E-02	3.8126E-03
13	4.71	2547.2	1.1680E-02	3.8127E-03

Mean: 1.1682E-02 3.8105E-03
Std Dev of fit (%): 0.04 0.27

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	870.4	0.41	2.0576E-09	1.1687E-02	0.43	-34.89	3.6992E-03	-29.05	-48.50	-18.13
2	889.3	0.26	1.2236E-08	1.1734E-02	4.48	-30.73	3.7007E-03	-28.67	-48.13	-18.76
3	1019.3	0.33	1.7716E-09	1.1686E-02	0.35	-34.98	3.6999E-03	-28.94	-48.39	-19.02
4	1561.5	0.38	4.4586E-08	1.1801E-02	10.28	-24.76	3.7018E-03	-28.60	-48.08	-18.70
5	1563.9	0.43	3.5982E-09	1.1800E-02	10.17	-24.85	3.6996E-03	-29.20	-48.67	-19.31
6	1786.7	1.75	1.9965E-08	1.1790E-02	9.32	-25.72	3.6989E-03	-29.45	-48.91	-19.58
7	1869.0	5.04	7.1053E-08	1.1800E-02	10.19	-24.84	3.7009E-03	-28.95	-48.43	-19.06



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904426F1.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 1904.spl
Line: 13
MS file: M-AN41
Inlet: GC-combustion
Inlet file: M-AN41
Sample ID:
Description: A 825428 Fraction 1/70ul

Acquisition Date: 19/4/07 16:24
Weight: 0.00
Injection Volume: 20
Bottle:
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

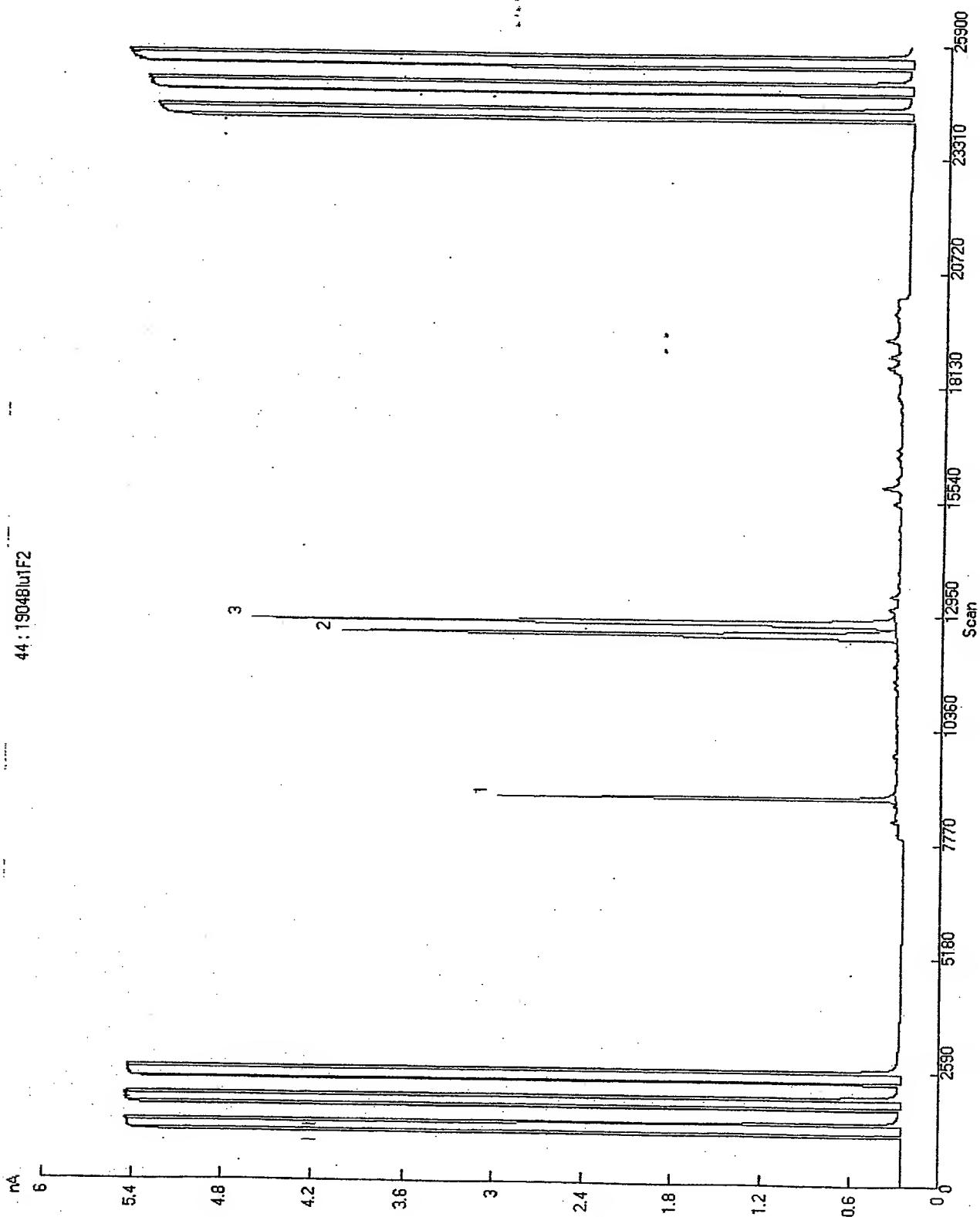
Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
Label:		Value:		Molecular delta		
Ratio 1: 13C		-38.3		Label: Value:		
Ratio 2: 18O		-20		delta 45 -34.83		
				delta 48 -20.08		
				wrt: PDB		
				PDB		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.85	127.4	1.1681E-02	3.8123E-03
2	4.92	187.3	1.1681E-02	3.8111E-03
3	4.96	247.4	1.1681E-02	3.8101E-03
11	4.69	2427.5	1.1680E-02	3.8118E-03
12	4.74	2487.4	1.1680E-02	3.8131E-03
13	4.87	2547.4	1.1680E-02	3.8133E-03

Mean: 1.1680E-02 3.8119E-03
Std Dev of fit (%): 0.02 0.27

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	791.6	0.39	1.7451E-09	1.1447E-02	-19.98	-55.93	3.7012E-03	-28.95	-48.35	-18.98
2	828.08	0.268	1.5232E-08	1.1733E-02	4.48	-33.075	3.7013E-03	-28.93	-48.39	-19.02
3	1019.2	0.70	3.9684E-09	1.1701E-02	1.74	-33.52	3.6984E-03	-29.71	-49.15	-19.81
4	1500.7	0.3578	4.3598E-08	1.1825E-02	12.40	-22.55	3.7020E-03	-28.88	-48.34	-18.97
5	1563.2	0.45	3.9899E-09	1.1827E-02	12.59	-22.33	3.6980E-03	-28.93	-49.39	-20.06
6	1796.3	1.90	2.1805E-08	1.1813E-02	11.38	-23.60	3.7004E-03	-29.33	-48.80	-19.45
7	1864.7	3.83	4.8826E-08	1.1829E-02	12.72	-22.23	3.7016E-03	-29.04	-48.51	-18.15



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904Bku1F2.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 1904.spl
Line: 10
MS file: M-AN41
Inlet: GC-combustion
Inlet file: M-AN41
Sample ID:
Description: Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2/700uL

Acquisition Date: 19/4/07 14:03
Weight: 0.00
Injection Volume: 20
Bottle:
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
Label:		Value:		Molecular delta		
Ratio 1: 13C		-36.3		Label:	Value:	wrt:
Ratio 2: 18O		-20		delta 45	-34.63	PDB
				delta 48	-20.08	PDB

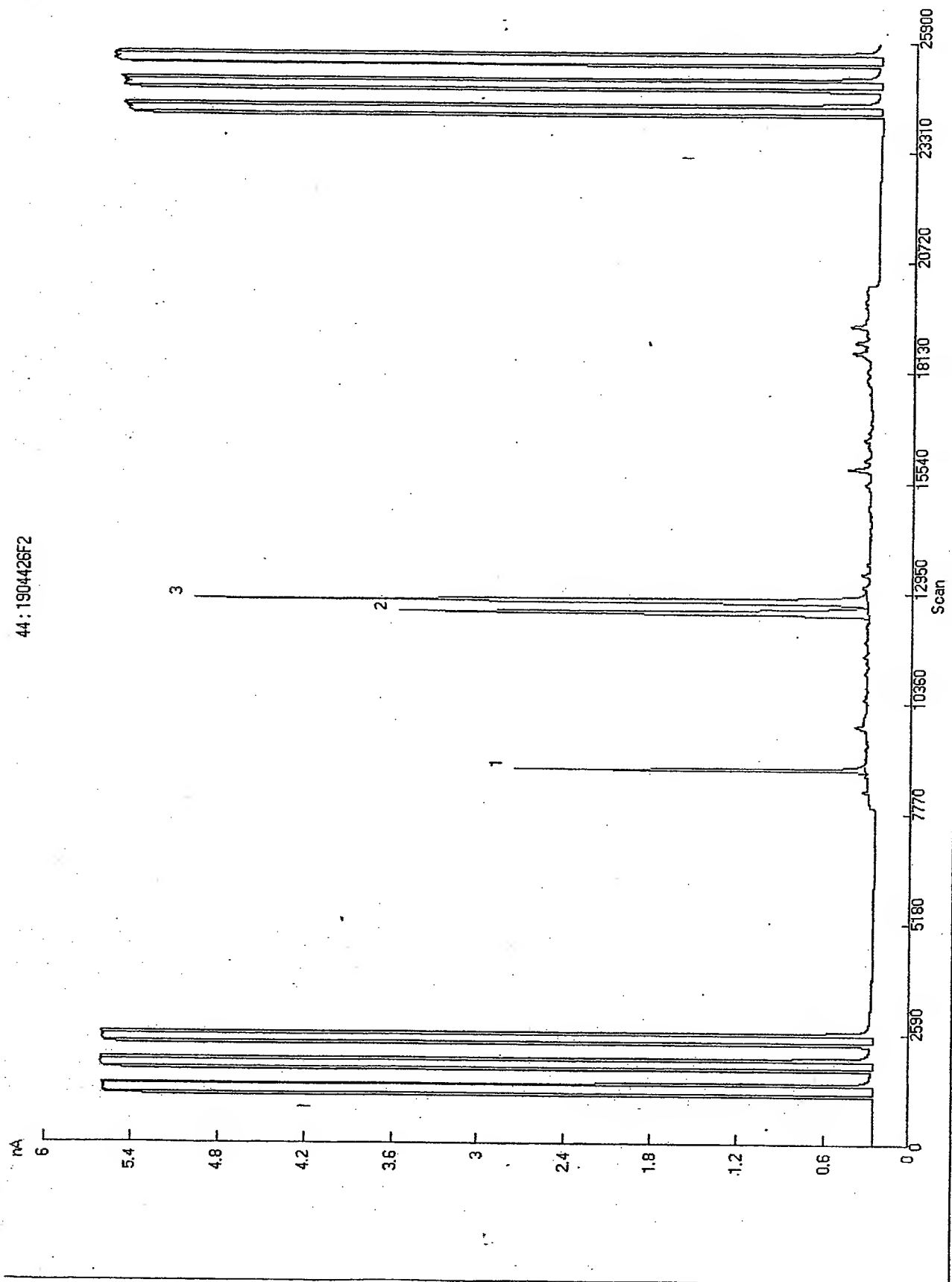
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.18	127.8	1.1680E-02	3.8118E-03
2	5.19	187.6	1.1680E-02	3.8113E-03
3	5.17	247.6	1.1680E-02	3.8108E-03
7	5.03	2427.8	1.1681E-02	3.8125E-03
8	5.12	2487.7	1.1682E-02	3.8128E-03
9	5.23	2547.8	1.1681E-02	3.8125E-03

Mean: 1.1681E-02 3.8119E-03
Std Dev of fit (%): 0.01 0.11

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	127.8	5.18	1.2826E-08	1.1735E-02	4.63	-30.158	3.7020E-03	-28.78	-48.24	-18.87
2	187.6	5.19	3.1590E-08	1.1792E-02	9.50	-25.55	3.7017E-03	-28.92	-48.39	-19.02
3	247.6	5.17	3.4426E-08	1.1801E-02	10.28	-24.75	3.7020E-03	-28.84	-48.32	-18.95

44:190426F2



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904426F2.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 1904.spl
Line: 11
MS file: M-AN41
Inlet: GC-combustion
Inlet file: M-AN41
Sample ID:
Description: A 825426 Fraction 2/550uL

Acquisition Date: 18/4/07 14:47
Weight: 0.00
Injection Volume: 20
Bottle:
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

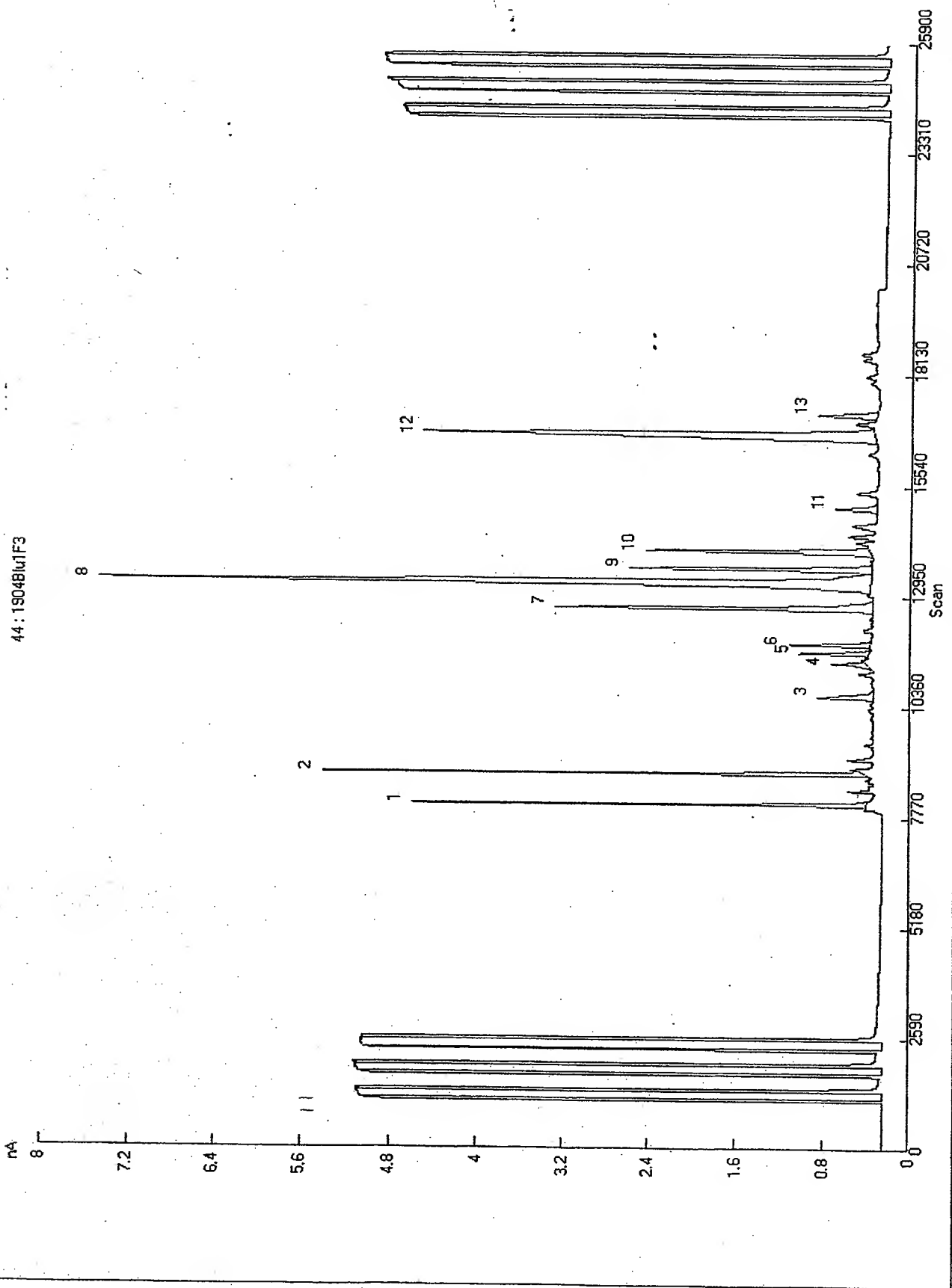
Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
Label:		Value:	Molecular delta			
Label:		Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C		-38.3	delta 45	-34.83	PDB	
Ratio 2: 18O		-20	delta 46	-20.08	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.33	128.0	1.1681E-02	3.8121E-03
2	5.35	187.8	1.1681E-02	3.8112E-03
3	5.34	247.9	1.1681E-02	3.8107E-03
7	5.21	2427.9	1.1683E-02	3.8107E-03
8	5.23	2487.8	1.1682E-02	3.8112E-03
9	5.32	2547.9	1.1682E-02	3.8116E-03

Mean: 1.1682E-02 3.8112E-03
Std Dev of fit (%): 0.02 0.15

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	128.0	5.33	1.1474E-08	1.1736E-02	4.69	-30.51	3.7011E-03	-28.91	-48.37	-19.00
2	187.8	5.35	2.7641E-08	1.1819E-02	11.75	-23.23	3.7003E-03	-29.10	-48.57	-19.21
3	247.9	5.34	3.8335E-08	1.1830E-02	12.68	-22.27	3.7012E-03	-28.88	-48.36	-18.99



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904Blr1F3.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 1904.spl
Line: 8
MS file: M-AN41
Inlet: GC-combustion
Inlet file: M-AN41
Sample ID:
Description: Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3/40uL

Acquisition Date: 19/4/07 12:30
Weight: 0.00
Injection Volume: 30
Bottle:
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
		Elemental delta		Molecular delta		
	Label:	Value:		Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3		delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2:	18O	-20		delta 48	-20.06	PDB

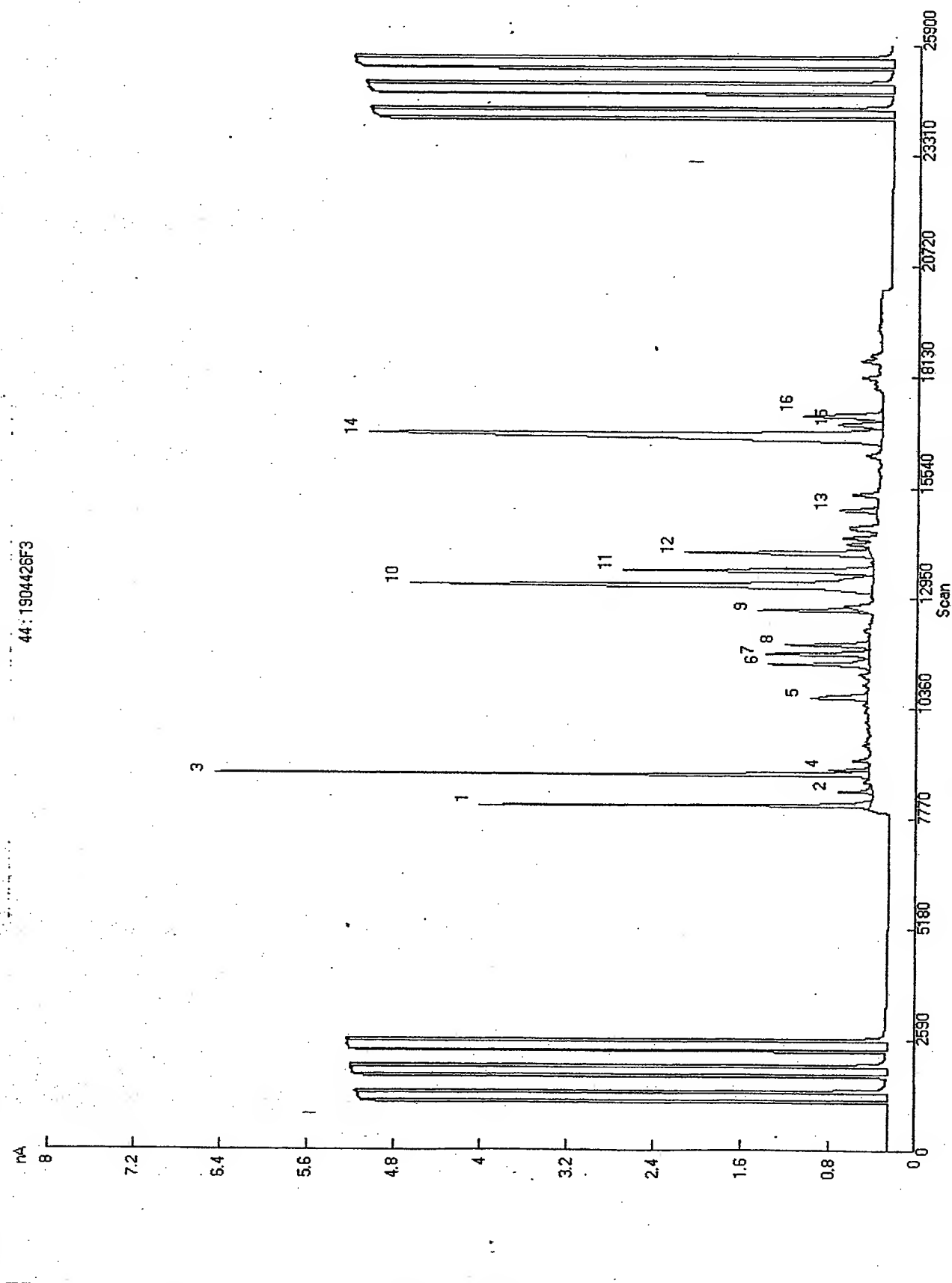
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.83	127.4	1.1684E-02	3.8069E-03
2	4.85	187.3	1.1684E-02	3.8070E-03
3	4.81	247.2	1.1684E-02	3.8066E-03
17	4.50	2427.2	1.1680E-02	3.8101E-03
18	4.58	2487.2	1.1681E-02	3.8126E-03
19	4.89	2547.2	1.1680E-02	3.8133E-03

Mean: 1.1682E-02 3.8094E-03
Std Dev of fit (%): 0.03 0.30

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	809.2	4.20	1.8284E-08	1.1796E-02	9.64	-25.43	3.7011E-03	-28.12	-47.60	-18.21
2	882.3	4.30	2.3805E-08	1.1737E-02	4.60	-29.62	3.7010E-03	-28.21	-47.68	-18.29
3	1062.4	0.52	4.5010E-09	1.1758E-02	6.45	-28.70	3.6990E-03	-28.82	-48.29	-18.92
4	1141.1	0.34	2.3277E-08	1.1777E-02	8.09	-27.01	3.6994E-03	-28.76	-48.23	-18.86
5	1185.3	0.68	4.1531E-09	1.1819E-02	11.88	-23.30	3.6991E-03	-28.86	-48.33	-18.98
6	1185.6	0.76	5.1082E-09	1.1757E-02	8.35	-28.81	3.7004E-03	-28.53	-48.00	-18.63
7	1270.2	2.95	2.3277E-08	1.1785E-02	7.12	-26.02	3.7008E-03	-28.52	-48.00	-18.62
8	1332.3	4.75	8.3109E-08	1.1771E-02	7.60	-27.55	3.7020E-03	-28.20	-47.68	-18.29
9	1362.2	4.22	1.6814E-08	1.1764E-02	7.02	-28.31	3.7002E-03	-28.68	-48.15	-18.78
10	1404.2	2.08	1.6490E-08	1.1774E-02	7.88	-27.23	3.6998E-03	-28.80	-48.27	-18.90
11	1503.7	0.39	3.3242E-09	1.1815E-02	11.40	-23.58	3.6980E-03	-29.33	-48.80	-19.44
12	1680.0	4.48	5.2917E-08	1.1779E-02	8.34	-26.75	3.7004E-03	-28.80	-48.27	-18.90
13	1723.0	0.55	4.9319E-09	1.1787E-02	8.01	-26.03	3.6979E-03	-29.50	-48.98	-19.61

44:190426F3



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904426F3.raw	Acquisition Date: 19/4/07 13:17
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spl	Injection Volume: 30
Line: 9	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 825428 Fraction 3/30uL	

Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	
Label: Value: Label: Value: wrt:	
Ratio 1: 13C -36.3 delta 45 -34.63 PDB	
Ratio 2: 18O -20 delta 46 -20.08 PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.86	127.5	1.1681E-02	3.8119E-03
2	4.93	187.3	1.1681E-02	3.8109E-03
3	4.97	247.3	1.1681E-02	3.8098E-03
20	4.80	2427.8	1.1680E-02	3.8118E-03
21	4.83	2487.5	1.1680E-02	3.8137E-03
22	4.96	2547.5	1.1680E-02	3.8136E-03

Mean: 1.1680E-02 3.8120E-03
Std Dev of fit (%): 0.01 0.27

Sample Data

Peak No.	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	808.5	3.60	1.6278E-08	1.1811E-02	11.20	-23.80	3.7021E-03	-28.69	-48.17	-18.79
2	841.2	0.32	1.8460E-09	1.1782E-02	8.66	-26.44	3.7032E-03	-28.41	-47.89	-18.51
3	888.2	0.10	2.9408E-08	1.1733E-02	4.52	-30.69	3.7021E-03	-28.71	-48.18	-18.80
4	892.9	0.38	2.1682E-09	1.1761E-02	6.92	-28.24	3.7051E-03	-27.83	-47.41	-18.01
5	1082.1	0.53	5.1995E-09	1.1779E-02	8.44	-26.64	3.7014E-03	-28.93	-48.40	-19.03
6	1141.1	0.93	6.9721E-09	1.1796E-02	9.87	-26.17	3.7013E-03	-28.98	-48.45	-19.08
7	1164.9	0.96	6.3078E-09	1.1839E-02	13.59	-21.33	3.7011E-03	-29.05	-48.52	-19.16
8	1185.9	0.79	5.4916E-09	1.1788E-02	9.23	-25.82	3.7009E-03	-29.10	-48.67	-19.21
9	1267.2	0.92	5.6568E-09	1.1771E-02	7.75	-27.34	3.7008E-03	-29.14	-48.60	-19.24
10	1326.6	0.26	4.5801E-08	1.1789E-02	9.27	-25.73	3.7015E-03	-28.96	-48.43	-19.07
11	1360.5	0.30	1.7819E-08	1.1790E-02	9.36	-25.63	3.7013E-03	-29.02	-48.49	-19.13
12	1402.3	1.71	1.3704E-08	1.1793E-02	9.81	-26.42	3.7001E-03	-29.37	-48.83	-19.48
13	1502.5	0.36	2.9987E-09	1.1826E-02	12.49	-22.44	3.6984E-03	-29.82	-49.28	-19.94
14	1681.1	0.72	8.5034E-08	1.1802E-02	10.43	-24.59	3.7014E-03	-29.08	-48.55	-19.19
15	1703.0	0.41	3.8945E-09	1.1819E-02	11.91	-23.04	3.6996E-03	-29.55	-49.02	-19.67
16	1723.2	0.73	7.1726E-09	1.1808E-02	10.96	-24.03	3.7006E-03	-29.29	-48.76	-19.41

68

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 1/2
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS		

Numéro d'échantillon : A 825426 A 825428

Numéro d'identification de l'appareil : 1508000000

Instruction de confirmation : T Conf 31

1. Tune

Spécification : plateau du peak Centre ≥ 10 V

Tune conforme : oui ☒ non ☐

2. Stabilité de l'instrument

Spécification: écart mesuré entre valeur maximale et valeur minimale du ratio 2/1 ≤ 0.5 %

Stabilité conforme : oui ☒ non ☐

3. Précision de l'instrument

Code de la solution Mix Cal IRMS: 005

Valeurs obtenues (%) pour 3 injections:

	Décane	Undécane	Dodécane	Méthyldécanoate
Moyenne	-32.68	-28.21	-32.09	-31.16
Ecart-type	0.05	0.05	0.08	0.19

Spécification: écart-type d'au moins 3 alcanes ≤ 0.5 %

Précision conforme : oui ☒ non ☐

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 2/2
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS		

4. Calibration de l'instrument

Code de la solution Mix Cal Acétate:.....001C.....

Valeurs obtenues (%):

	5a Androstanol AC	Etiocolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocolanolone AC
<u>Androstanol AC</u>	-30.55	-20.00	-33.75	-16.39
<u>Androstanol AC</u>	-30.75	-19.70	-33.57	-16.34

Intervalle de valeurs acceptables:


	5a Androstanol AC	Etiocolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocolanolone AC
Valeurs théoriques	-30.46	-19.91	-33.81	-16.30
Valeurs théoriques + 0.5%	-29.96	-19.41	-33.31	-15.80
Valeurs théoriques - 0.5%	-30.96	-20.41	-34.31	-16.80

Résultats conformes : oui ☒ non ☐

Résultats : CONFORME / NON CONFORME
Rayer la mention inutile

Observations:

Validation

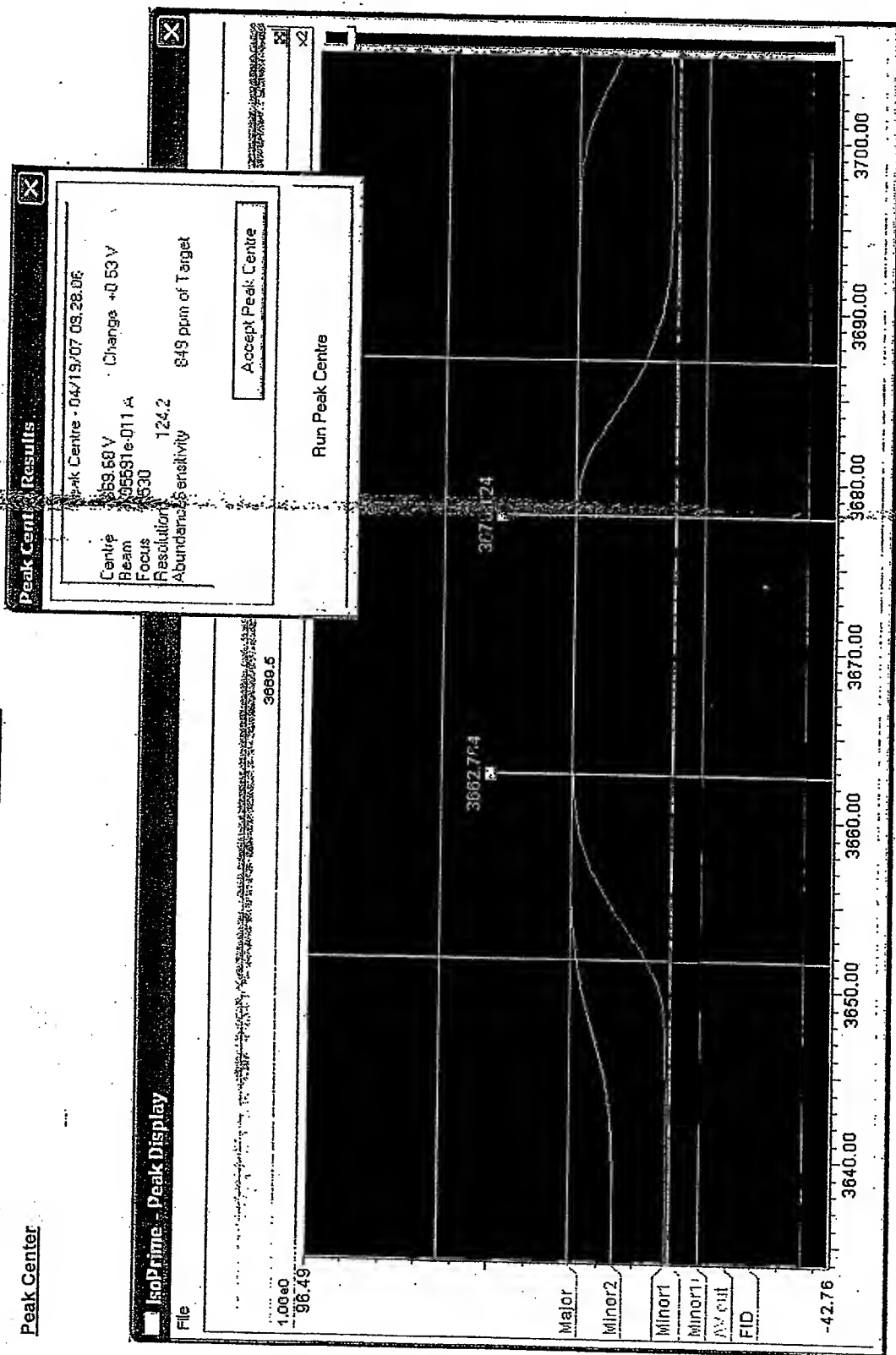
Opérateur		Responsable	
Date	Code et Visa	Date	Code et Visa
20/4/17	<u>2017</u>	20/04/07	10 

Cet enregistrement est à transmettre au responsable du secteur confirmation concerné
puis à archiver vivant dans le dossier matériel de l'appareil concerné dans la section correspondante.

70

19/04/2007

Peak Center



71

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904stabilite1.raw	Acquisition Date: 19/4/07 9:32
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spl	Injection Volume: 0
Line: 1	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	
Label: Value:	
Ratio 1: 13C -36.3	
Ratio 2: 18O -20	
Molecular delta	
Label: Value:	
delta 45 -34.83	
delta 46 -20.06	
wrt: PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.50	37.2	1.1681E-02	3.8110E-03
2	4.46	97.1	1.1681E-02	3.8085E-03
3	4.45	157.1	1.1680E-02	3.8074E-03
4	4.46	217.1	1.1679E-02	3.8069E-03
5	4.48	277.1	1.1679E-02	3.8070E-03
6	4.48	337.1	1.1679E-02	3.8072E-03
7	4.50	397.2	1.1679E-02	3.8068E-03
8	4.52	457.2	1.1679E-02	3.8069E-03
9	4.55	517.2	1.1679E-02	3.8068E-03
10	4.60	577.2	1.1679E-02	3.8068E-03

Mean: 1.1679E-02 3.8075E-03
Std Dev of fit (%): 0.05 0.26

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
---------	----------	-------------------	------------	-------------	-----------	-----------	-------------	-----------	-----------	-----------------------

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904stabilite2.raw	Acquisition Date: 19/4/07 9:42
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spi	Injection Volume: 0
Line: 2	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	Molecular delta
Label: Value:	Label: Value:
Ratio 1: 13C -36.3	delta 45 -34.63
Ratio 2: 18O -20	delta 46 -20.06
	wrt: PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.82	37.3	1.1682E-02	3.8079E-03
2	4.86	97.3	1.1682E-02	3.8079E-03
3	4.84	157.3	1.1681E-02	3.8082E-03
4	4.81	217.3	1.1681E-02	3.8084E-03
5	4.77	277.3	1.1681E-02	3.8086E-03
6	4.75	337.3	1.1681E-02	3.8090E-03
7	4.73	397.3	1.1681E-02	3.8084E-03
8	4.72	457.3	1.1681E-02	3.8088E-03
9	4.69	517.3	1.1681E-02	3.8088E-03
10	4.68	577.2	1.1681E-02	3.8091E-03

Mean: 1.1681E-02 3.8085E-03
Std Dev of fit (%): 0.02 0.05

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
---------	----------	-------------------	------------	-------------	-----------	-----------	-------------	-----------	-----------	-----------------------

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904stabilite3.raw	Acquisition Date: 19/04/07 9:53
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spl	Injection Volume: 0
Line: 3	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2.					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
2	4.68	37.3	1.1681E-02	3.8087E-03
3	4.88	97.2	1.1681E-02	3.8090E-03
4	4.71	217.2	1.1681E-02	3.8086E-03
5	4.72	277.3	1.1681E-02	3.8088E-03
6	4.73	337.3	1.1681E-02	3.8087E-03
7	4.75	397.3	1.1681E-02	3.8088E-03
8	4.76	457.3	1.1682E-02	3.8088E-03
9	4.78	517.3	1.1681E-02	3.8086E-03
10	4.80	577.3	1.1682E-02	3.8083E-03

Mean: 1.1681E-02 3.8087E-03
Std Dev of fit (%): 0.01 0.04

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
---------	----------	-------------------	------------	-------------	-----------	-----------	-------------	-----------	-----------	----------------------

74

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-38B Version : A Date :25/01/2006 1 / 2
ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2		

Appareil concerné: Isoprime 2

COLONNE : Type : DB17-MS JW Scien 122.4732
Longueur : 30 m
Diamètre interne : 0,25 mm
Epaisseur du film : 0,25 µm

INJECTION : Mode : Split Ratio: 120/30 ASSURANCE QUALITÉ
Température : 280 °C AB LNDD
Volume injecté : 2 µl *ce 12/04/06*

CONDITION GC : Température initiale : 100°C pendant 4 min
Gradient de température: 100°C->150°C à 15°C/min
150°C->200°C à 30°C/min
Température finale : 200 °C pendant 1 min
Pression He constante : tr Décane environ 190 s

INTERFACE : Piège à eau: -100°C
Four à combustion : 850°C
Ligne de transfert : 350°C

CONDITIONS MS : Mode d'acquisition : SIM sur les ions 44, 45 et 46
Programmation de l'acquisition: Temps d'acquisition total: 840s
à 20s RG open
à 50s RG close
à 80s RG open
à 110s RG close
à 160 HS close
à 600s HS open
à 720s RG open
à 750s RG close
à 780s RG open
à 810s RG open
Délai avant fin de l'acquisition: 30s

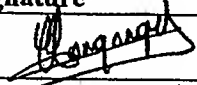
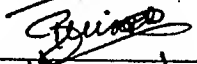
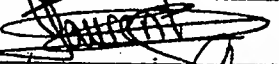
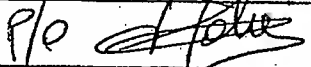
CONFIDENTIEL

APPLICABLE le

25 JAN. 2006

45

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-38B Version : A Date : 25/01/2006 2 / 2
ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	25/01/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	25/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	25/01/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	25/01/2006

CONFIDENTIEL

76

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904MixCalIRMS01.raw	Acquisition Date: 19/4/07 10:06
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spl	Injection Volume: 10
Line: 4	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label:		Value:			
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB'	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.88	87.5	1.1681E-02	3.8115E-03
2	4.95	107.4	1.1681E-02	3.8105E-03
7	4.83	747.6	1.1681E-02	3.8120E-03
8	4.85	807.4	1.1681E-02	3.8122E-03

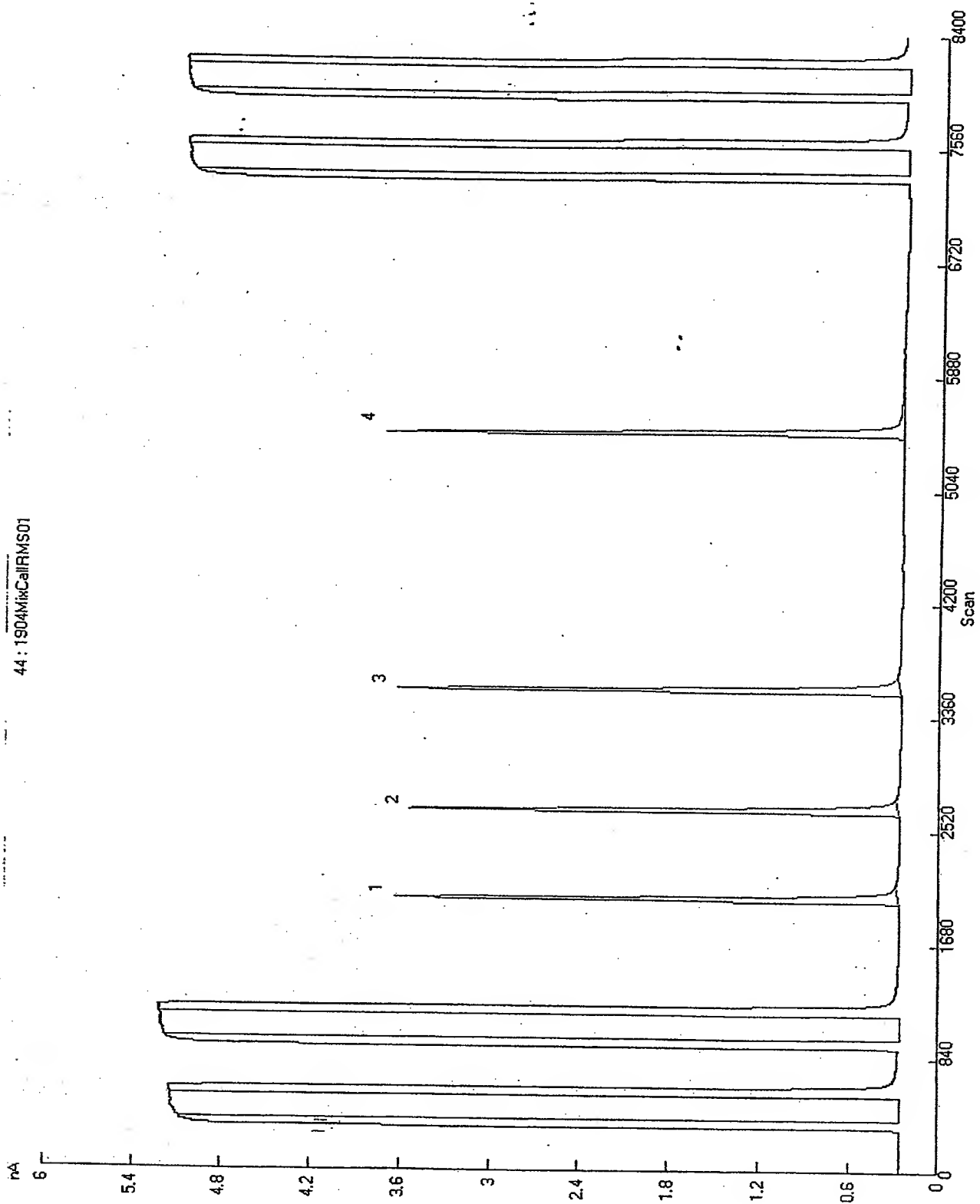
Mean: 1.1681E-02 3.8115E-03
Std Dev of fit (%): 0.02 0.12

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	261.9	3.37	1.0705E-08	1.1711E-02	2.52	-32.73	3.6997E-03	-29.23	-48.68	-19.32
2	267.5	3.28	1.0762E-08	1.1761E-02	6.87	-28.24	3.6986E-03	-29.58	-49.01	-19.86
3	356.9	3.37	1.1136E-08	1.1717E-02	3.05	-32.16	3.6975E-03	-29.89	-49.33	-19.89
4	547.3	3.47	1.1276E-08	1.1725E-02	3.82	-31.37	3.6971E-03	-30.07	-49.50	-20.17

77

44 : 1904MixCallRMS01



78

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904MixCalIRMS02.raw	Acquisition Date: 19/04/07 10:22
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spl	Injection Volume: 10
Line: 5	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Crag						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.83	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

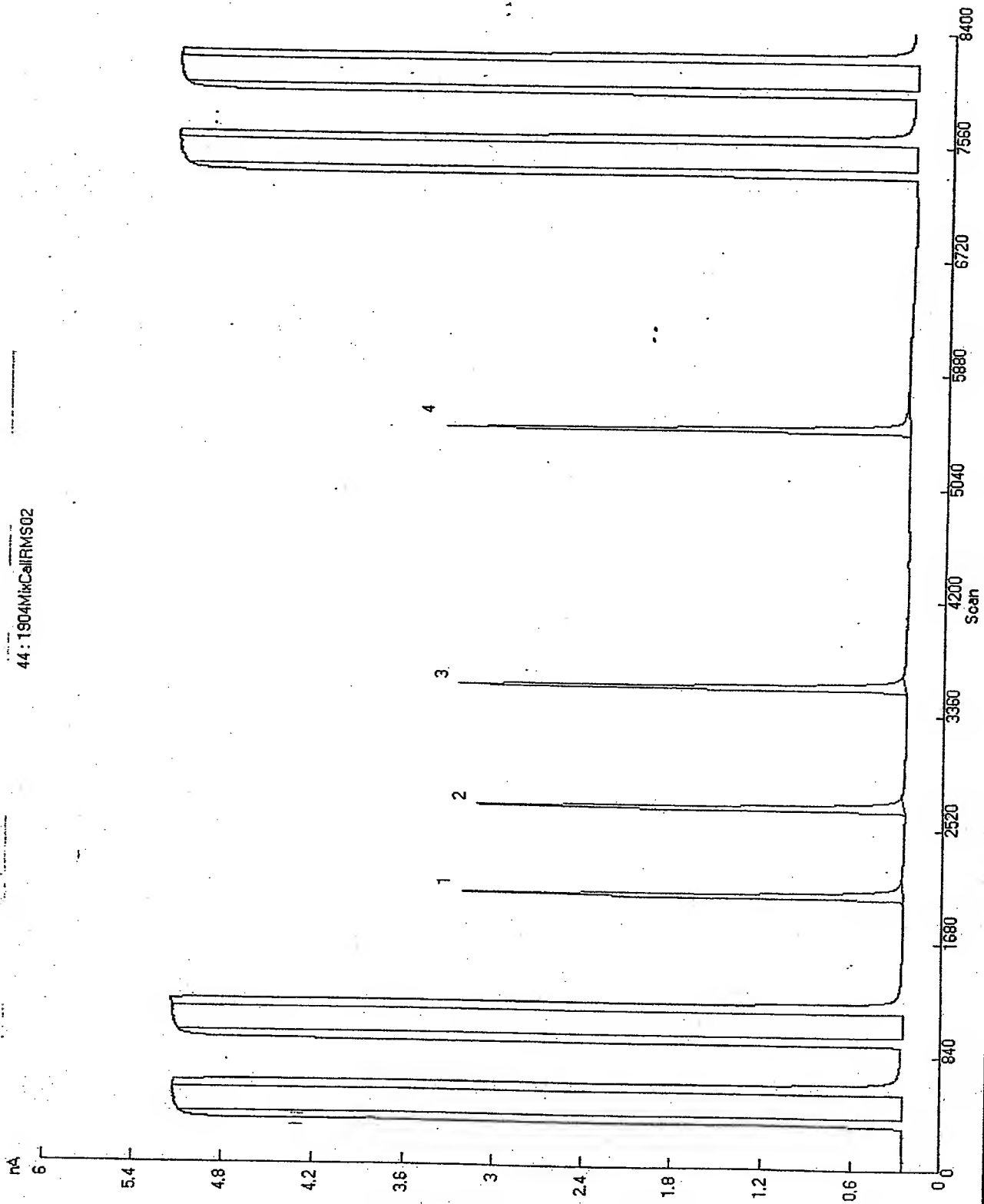
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.86	47.5	1.1681E-02	3.8110E-03
2	4.87	107.4	1.1681E-02	3.8107E-03
7	4.92	747.7	1.1681E-02	3.8114E-03
8	4.93	807.5	1.1681E-02	3.8118E-03

Mean: 1.1681E-02 3.8112E-03
Std Dev of fit (%): 0.00 0.07

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	202.5	2.95	9.5097E-09	1.1712E-02	2.63	-32.64	3.7012E-03	-28.81	-48.26	-18.89
2	267.7	2.86	9.4444E-09	1.1761E-02	6.88	-28.24	3.7000E-03	-29.14	-48.60	-19.24
3	358.9	3.00	9.8315E-09	1.1719E-02	3.22	-32.00	3.6979E-03	-29.72	-49.16	-19.82
4	547.2	3.12	1.0113E-08	1.1730E-02	4.17	-30.99	3.6954E-03	-30.43	-49.66	-20.54

44:1904MixCallRMS02



80

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904MixCalIRMS03.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 1904.spl
Line: 6
MS file: M-AN386
Inlet: GC-combustion
Inlet file: M-AN386
Sample ID:
Description: test de performance Mix-Cal IRMS 005

Acquisition Date: 19/4/07 10:38
Weight: 0.00
Injection Volume: 10
Bottle: 1
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta		Molecular delta				
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.08	PDB		

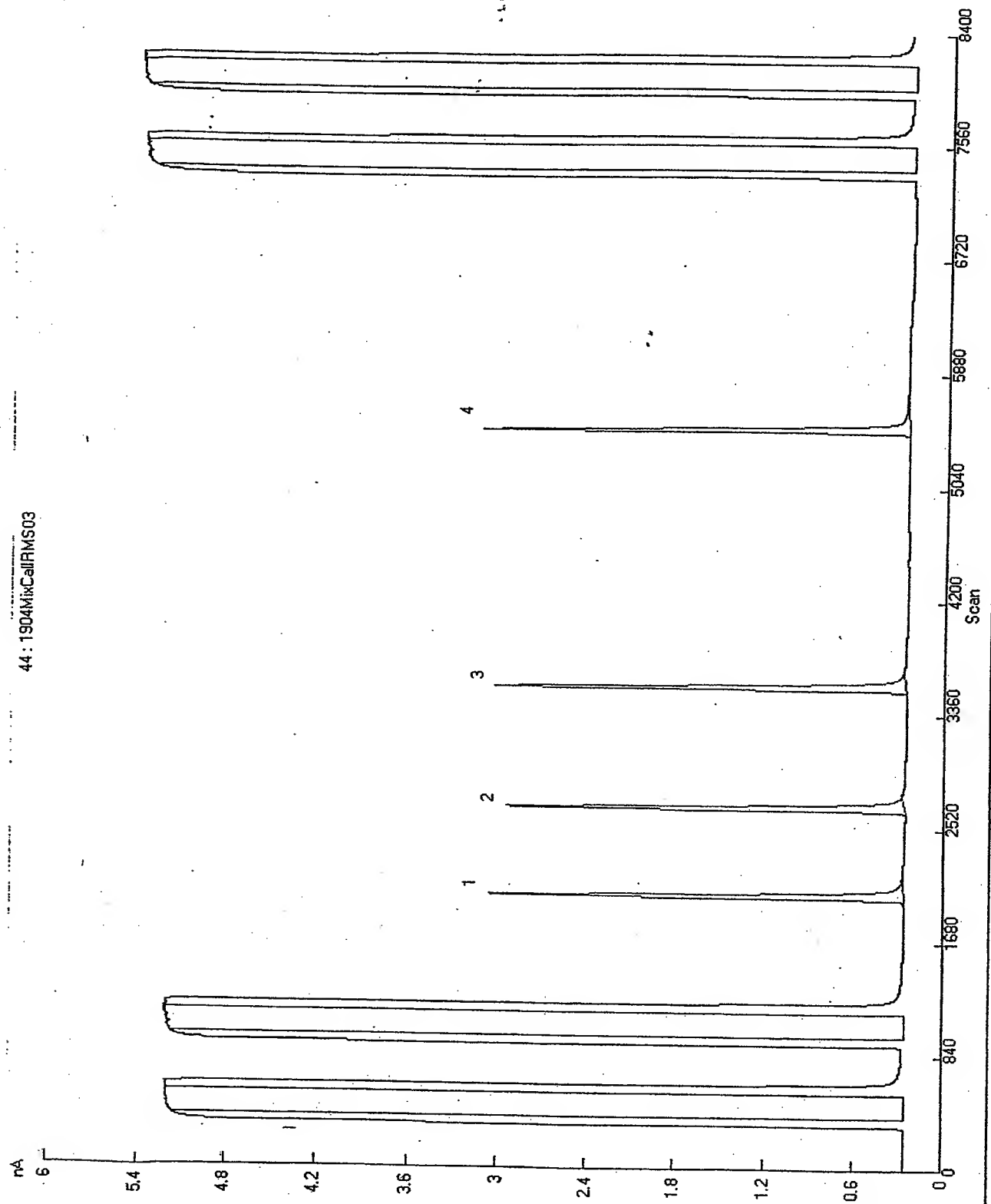
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.95	47.8	1.1681E-02	3.8108E-03
2	4.94	107.5	1.1681E-02	3.8103E-03
7	5.15	747.8	1.1682E-02	3.8111E-03
8	5.18	807.6	1.1681E-02	3.8112E-03

Mean: 1.1681E-02 3.8109E-03
Std Dev of fit (%): 0.02 0.07

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	202.5	2.80	9.0904E-09	1.1712E-02	2.80	-32.66	3.7004E-03	-28.94	-48.39	-19.03
2	267.7	2.89	8.9101E-09	1.1763E-02	6.97	-28.15	3.6996E-03	-29.15	-48.61	-19.25
3	357.0	2.78	9.1942E-09	1.1718E-02	3.12	-32.11	3.6989E-03	-29.36	-48.81	-19.45
4	547.3	2.87	9.3457E-09	1.1729E-02	4.07	-31.12	3.6972E-03	-29.85	-49.28	-19.95

44: 1904MixCalIRMS03



82

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904MixCalAcetate01.raw	Acquisition Date: 19/4/07 11:10
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1904.spl	Injection Volume: 10
Line: 7	Bottle: 2
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: -Craig					
Elemental delta Molecular delta					
	Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:
Ratio 1: 13C		-38.3	delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2: 18O		-20	delta 48	-20.06	PDB

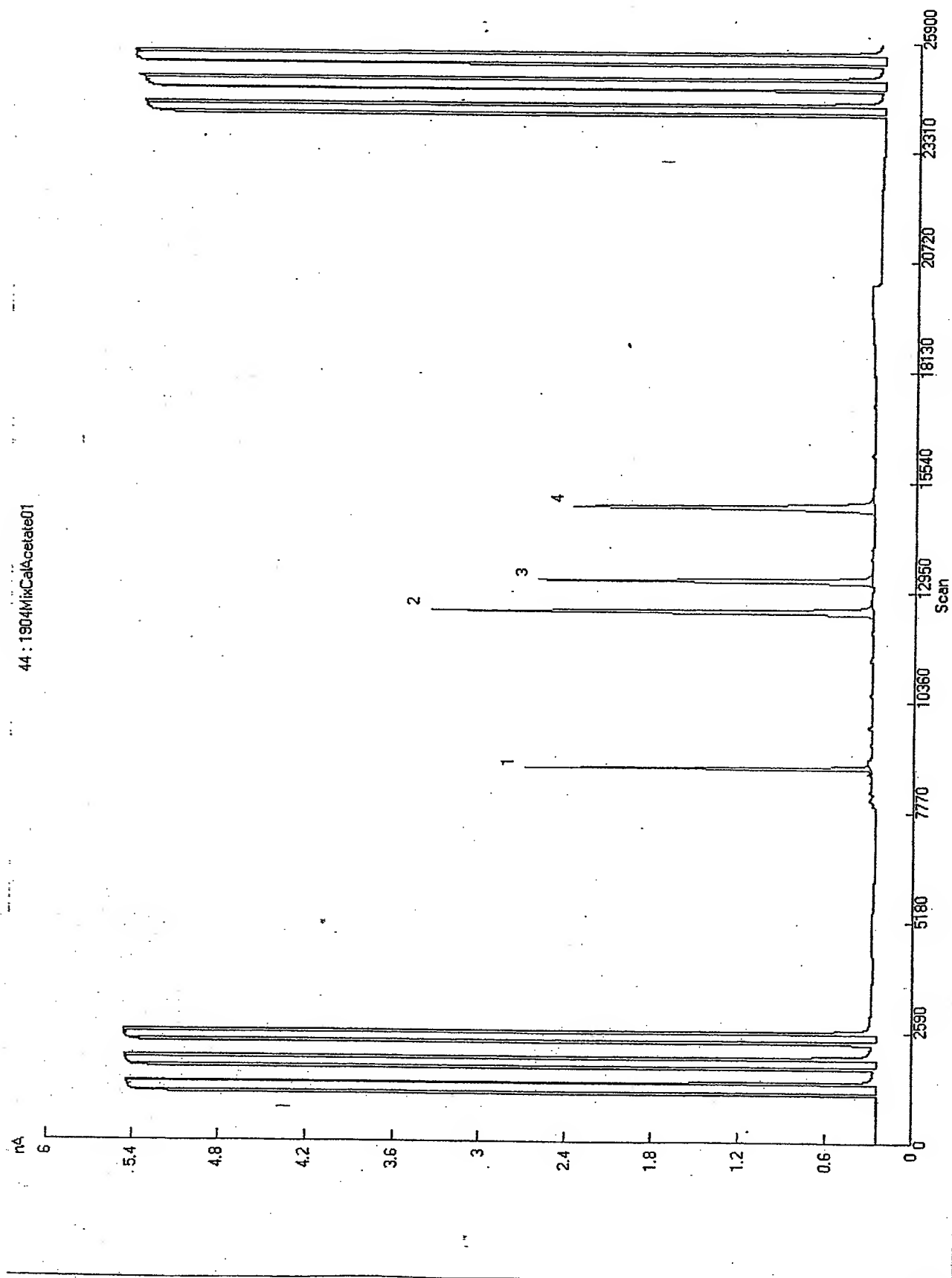
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.18	127.9	1.1683E-02	3.8104E-03
2	5.19	187.7	1.1682E-02	3.8103E-03
3	5.21	247.7	1.1683E-02	3.8098E-03
8	5.11	2427.8	1.1682E-02	3.8107E-03
9	5.12	2487.7	1.1682E-02	3.8114E-03
10	5.20	2547.7	1.1682E-02	3.8119E-03

Mean: 1.1683E-02 3.8108E-03
Std Dev of fit (%): 0.02 0.12

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	881.3	2.39	1.1161E-08	1.1737E-02	4.65	-30.56	3.7010E-03	-28.74	-48.21	-18.84
2	1250.0	3.06	2.3456E-08	1.1856E-02	14.88	-20.00	3.6994E-03	-29.20	-48.68	-19.32
3	1322.7	2.32	1.7592E-08	1.1701E-02	1.54	-33.75	3.7000E-03	-29.07	-48.52	-19.16
4	1498.2	2.08	2.0503E-08	1.1697E-02	18.38	-16.39	3.7003E-03	-29.00	-48.49	-19.13

44 : 1904MixCalAcetate01



84

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1904MixCalAcetate02.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 1904.spl
Line: 21
MS file: M-AN41
Inlet: GC-combustion
Inlet file: M-AN41
Sample ID:
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C

Acquisition Date: 19/4/07 23:17
Weight: 0.00
Injection Volume: 10
Bottle: 2
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label: Value:		Label: Value:		wrt:	
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 48	-20.06	PDB	

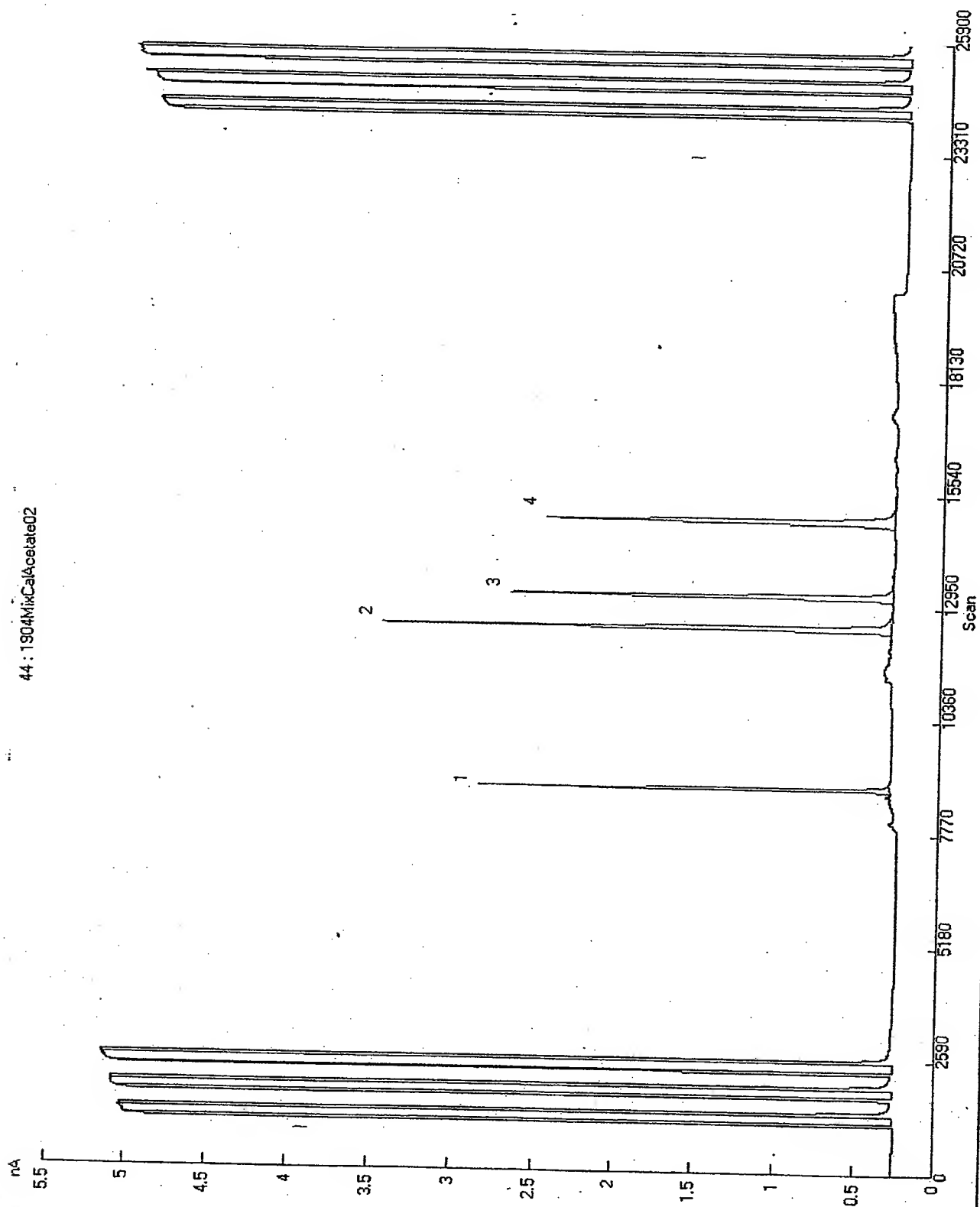
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.74	127.4	1.1679E-02	3.8125E-03
2	4.82	187.3	1.1679E-02	3.8111E-03
3	4.86	247.3	1.1680E-02	3.8098E-03
8	4.60	2427.4	1.1680E-02	3.8110E-03
9	4.65	2487.3	1.1680E-02	3.8120E-03
10	4.75	2547.3	1.1679E-02	3.8122E-03

Mean: 1.1679E-02 3.8114E-03
Std Dev of fit (%): 0.04 0.28

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	880.5	2.55	1.1913E-08	1.1730E-02	4.36	-30.85	3.7009E-03	-28.97	-48.43	-19.07
2	1249.0	3.14	2.4242E-08	1.1856E-02	15.16	-19.70	3.7002E-03	-29.17	-48.65	-19.29
3	1321.8	2.37	1.8310E-08	1.1698E-02	1.71	-33.67	3.7003E-03	-29.15	-48.60	-19.24
4	1495.1	2.16	2.0663E-08	1.1895E-02	-18.43	-16.34	3.7002E-03	-29.20	-48.69	-19.33

44: 1904MixCalAcetate02



86

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : F
		Date : 20/09/2006
		Page : 1/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

Echantillon : **A 825426** Instrument : **GC/C/IRMS Isoprime 2**
 Répertoire : **1904** CO et paraphe : **26**

Valeur isotopique du réactif de dérivation: **-52,69**

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)

	Blanc urinaire		Echantillon	
	SI	11 Kétoétio	SI	11 Kétoétio
Nom du fichier	1904Blu1F1	1904Blu1F1	1904426F1	1904426F1
tr (s)	881	1502	881	1501
trr	-	1,704	-	1,704
Intensité (nA)	2,6	3,8	2,7	3,8
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ mesurée	-30,73	-24,76	-30,75	-22,56
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ corrigée	-	-21,82	-	-19,39

Fraction F2 (Kétos)

	Blanc urinaire			Echantillon		
	SI	Etio	Andro	SI	Etio	Andro
Nom du fichier	1904Blu1F2	1904Blu1F2	1904Blu1F2	1904426F2	1904426F2	1904426F2
tr (s)	881	1251	1278	881	1250	1278
trr	-	1,420	1,451	-	1,420	1,452
Intensité (nA)	2,7	3,7	4,3	2,4	3,3	4,7
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ mesurée	-30,58	-25,55	-24,75	-30,51	-23,23	-22,27
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ corrigée	-	-22,69	-21,81	-	-20,13	-19,07

Fraction F3 (Diols)

	Blanc urinaire			
	SI	5 β Adiol	5 α Adiol	5 β Pdiol
Nom du fichier	1904Blu1F3	1904Blu1F3	1904Blu1F3	1904Blu1F3
tr (s)	882	1332	1362	1680
trr	-	1,510	1,544	1,904
Intensité (nA)	5,0	7,1	2,2	4,2
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ mesurée	-30,62	-27,53	-28,11	-26,75
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ corrigée	-	-22,23	-22,94	-21,81

	Echantillon			
	SI	5 β Adiol	5 α Adiol	5 β Pdiol
Nom du fichier	1904426F3	1904426F3	1904426F3	1904426F3
tr (s)	882	1327	1361	1681
trr	-	1,504	1,542	1,906
Intensité (nA)	6,0	4,3	2,3	4,7
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ mesurée	-30,69	-25,78	-25,69	-24,59
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ corrigée	-	-20,11	-20,01	-19,24

87

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : F
		Date : 20/09/2006
		Page : 2/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

	valeur de référence d'une population témoin		Echantillon dans les normes	
	$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ haute	$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ basse	oui	non
11 Kétoétio	-17,58	-26,27	α	
Etio	-19,56	-26,10	α	
Andro	-18,43	-25,02	α	
5 β Adiol	-18,55	-26,97	α	
5 α Adiol	-18,59	-27,40	α	
5 β Pdiol	-18,25	-25,55	α	

	Blu	Echantillon		
	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} + 0,8 \text{‰}$	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} - 0,8 \text{‰}$
Etio - 11 Kétoétio	-0,87	0,06	-0,74	-1,54
Andro - 11 Kétoétio	0,01	1,12	0,32	-0,48
5 β Adiol - 5 β Pdiol	-0,42	-0,08	-0,88	-1,68
5 α Adiol - 5 β Pdiol	-1,13	0,03	-0,77	-1,57

Seuil de positivité de l'AMA: $\delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{métabolite}) - \delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{composé endogène de référence}) > 3 \text{‰}$

$\delta^{13}\text{C}$ du composé $< -28 \text{‰}$

Variation maximale admissible liée à la méthode: $\pm 0,8 \text{‰}$

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Conclusion

L'analyse de l'échantillon par spectrométrie de masse de rapport isotopique (EC31) n'indique pas une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs sur la base de l'absence d'appauvrissement isotopique significatif des métabolites cétoniques et diols de la Testostérone.

Partie à remplir par le responsable

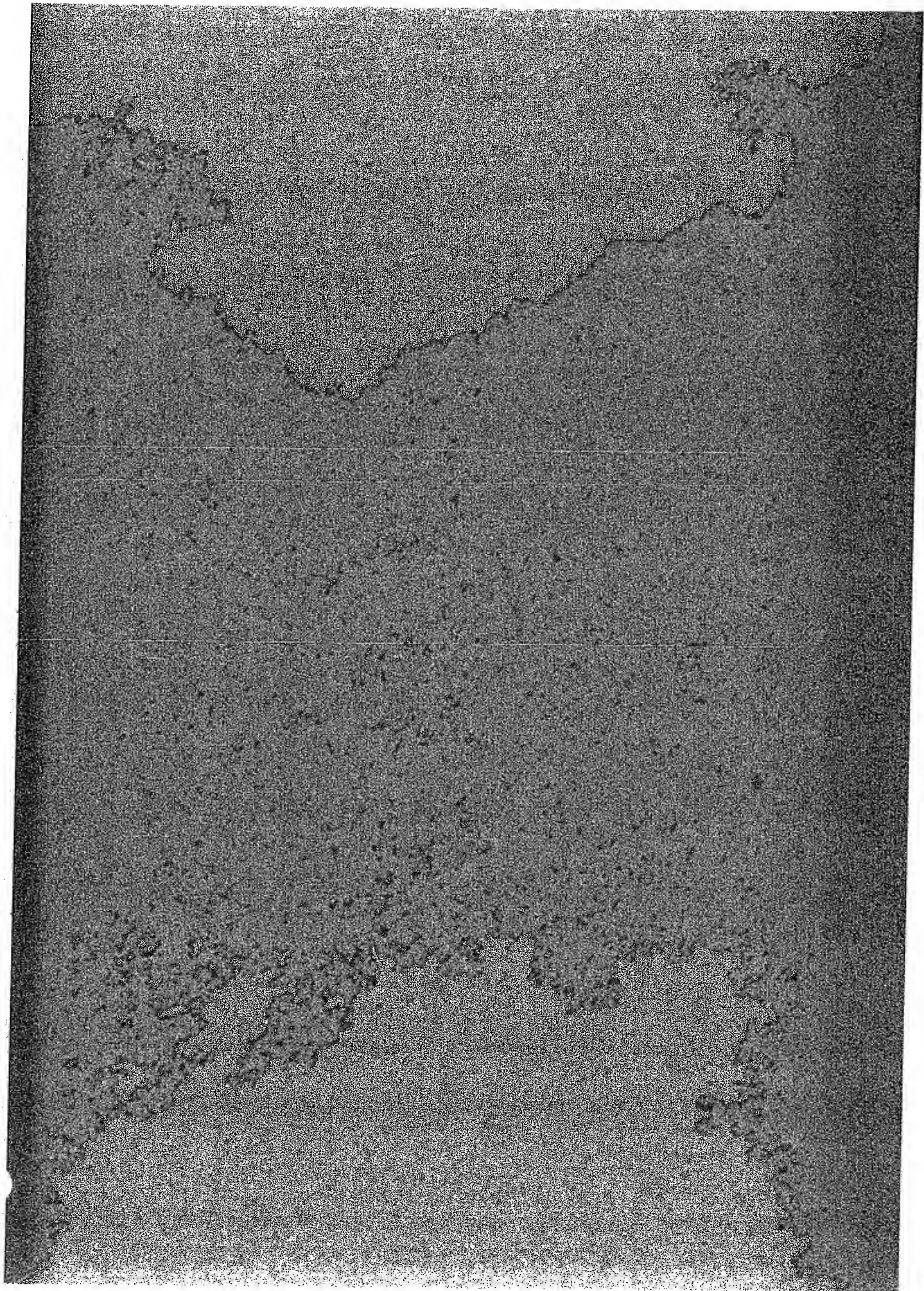
Date et Paraphe du responsable: 20/04/07

Observations:

Ecart(s) n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation

88



Châtenay-Malabry, le 23 avril 2007

30209

RAPPORT D'ANALYSE N° 5

Demande d'analyse de l'USADA du 13/04/2007

Sport : **USADA**
Épreuve et lieu : **Réanalyse**
Date : **16/04/2007**

**COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX**

Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :

Date : **16/04/2007**
Type de matériel : **Berlinger**
Nombre d'échantillon(s) : **6 (sur 10 échantillons reçus)**
Nombre de rapport(s) d'analyse : **5**
Référence de(s) l'échantillon(s) : **825423 - 825425 - 825426 - 825427 - 993856 - 993865**

Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA 2007)

Date de début des analyses : **16/04/2007**

Méthodes d'analyses utilisées : Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse et chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse de rapport isotopique.

Conclusions :

L'analyse par spectrométrie de masse de rapport isotopique n'indique pas une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs sur la base de l'absence d'appauvrissement isotopique significatif des métabolites cétoniques et diols de la Testostérone

NB : Échantillon n° 993865 : la valeur isotopique du 5 α -androstane-3 α -diol n'a pas pu être déterminée en raison de sa faible concentration dans l'échantillon.

J. de CEALPRIZ
Directeur

Destinataire :

- USADA - T. Tygart (1330 quail lake loop - suite 260 Colorado Springs - CO 80906 - USA)

Copie :

- Union Cycliste Internationale - A. GRIPPER (CH 1860 AIGLE - SUISSE)

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 1 page(s).

1/1

89